

# Proyecto fin de Máster Máster Universitario en Ingeniería Industrial

## Fabricación de piezas de Ni comercialmente puro mediante sinterización eléctrica de media frecuencia

Autor: Andrés Pérez Martínez

Tutor: Fátima Ángela Ternero Fernández

Tutor: Eduardo Sánchez Caballero

**Dep. Ingeniería y Ciencia de los Materiales y del  
Transporte  
Escuela Técnica Superior de Ingeniería  
Universidad de Sevilla**

Sevilla, 2018







Proyecto fin de Máster  
Máster Universitario en Ingeniería Industrial

# **Fabricación de piezas de Ni comercialmente puro mediante sinterización eléctrica de media frecuencia**

Autor:

Andrés Pérez Martínez

Tutor:

Fátima Ángela Ternero Fernández

Profesor Sustituto Interino

Tutor:

Eduardo Sánchez Caballero

Profesor Sustituto Interino

Dep. Ingeniería y Ciencia de los Materiales y del Transporte  
Escuela Técnica Superior de Ingeniería  
Universidad de Sevilla

Sevilla, 2018



Proyecto fin de Máster:    Fabricación de piezas de Ni comercialmente puro mediante síntesis eléctrica de media frecuencia

Autor:            Andrés Pérez Martínez

Tutor:            Fátima Ángela Ternero Fernández    Tutor:            Eduardo Sánchez Caballero

El tribunal nombrado para juzgar el trabajo arriba indicado, compuesto por los siguientes profesores:

Presidente:

Vocal/es:

Secretario:

acuerdan otorgarle la calificación de:

El Secretario del Tribunal

Fecha:



# Agradecimientos

---

En primer lugar, me gustaría agradecer a mis padres, Andrés y Mariola, todo el apoyo y ánimo que me han dado a lo largo de mi vida para lograr todo aquello que me he propuesto. Tampoco podría olvidarme de gente tan especial como Maite, con la que he compartido grandes momentos y ha estado presente en aquellos más difíciles.

En segundo lugar, dar las gracias a mis tutores Fátima Ángela Ternero Fernández y Eduardo Sánchez Caballero, por la oportunidad brindada para realizar este proyecto y toda la ayuda aportada para la realización del mismo.

Finalmente, agradecer a tres compañeros y sobre todo amigos como son Antonio Cabrera, Sergio Moreno y Sergio Serrano, su compañía y amistad durante estos seis años tan buenos y a veces tan amargos, siendo estos últimos más amenos gracias a ellos.



# Resumen

---

La ruta convencional pulvimetalúrgica es una técnica de fabricación que ha presentado una amplia gama de aplicaciones industriales que sigue manteniendo en la actualidad a pesar del estudio de nuevas alternativas. Dichas alternativas tratan de mejorar, al menos parcialmente, la problemática asociada a la tecnología actual. Dentro de este conjunto de alternativas, conocido como Técnicas de campo asistido (FAST), se encuentran una gran cantidad de variantes y modalidades que presentan como característica principal el reducido tiempo que requieren para fabricar una pieza en comparación con la ruta pulvimetalúrgica convencional. Entre las técnicas FAST se encuentra el sinterizado mediante resistencia eléctrica (ERS), la cual consiste en la aplicación simultánea de presión y de una corriente eléctrica de bajo voltaje y alta intensidad a una masa de polvo encerrada en una matriz aislada durante unos segundos.

El presente proyecto tiene como finalidad la comparación de algunas propiedades mecánicas, eléctricas y magnéticas mediante una serie de ensayos sobre compactos cilíndricos de níquel comercialmente puro fabricados por la ruta convencional pulvimetalúrgica y sinterización por resistencia eléctrica.





# Abstract

---

Conventional powder metallurgy route is a manufacturing method that has been used in a wide range of industrial applications and it is still being used currently despite the development of new techniques. These new techniques try to solve some of the problems related to the current technology. Within this set of techniques, known as Field Assisted Techniques (FAST), there are a lot of variants whose main characteristic is the reduced time required to manufacture a piece in comparison with the conventional powder metallurgy route. One of the FAST techniques is the electrical resistance sintering (ERS), which applies pressure and a low voltage and high intensity electric current to the powder enclosed in an isolated matrix for a few seconds.

This project has been developed with the aim of comparing some mechanical, electrical and magnetic properties, obtained from testing on commercially pure nickel compacts made by conventional powder metallurgy route and electrical resistance sintering.



# Índice Abreviado

---

<i>Resumen</i>	III
<i>Abstract</i>	V
<i>Índice Abreviado</i>	VII
 <i>Índice de Figuras</i>	 XIII
<i>Índice de Tablas</i>	XVII
 <b>1 Introducción y objetivos</b>	 <b>1</b>
1.1 Introducción	1
1.2 Objetivos	2
 <b>2 Bases teóricas</b>	 <b>3</b>
2.1 Pulvimetalurgia	3
2.2 El níquel en la pulvimetalurgia	36
 <b>3 Materiales y procedimiento experimental</b>	 <b>45</b>
3.1 Introducción	45
3.2 Materiales empleados	45
3.3 Caracterización del polvo	46
3.4 Sinterizado de compactos cilíndricos	53
3.5 Caracterización de los compactos	73
 <b>4 Resultados y discusión</b>	 <b>85</b>
4.1 Introducción	85
4.2 Caracterización de polvos	85

4.3	Sinterizado de compactos cilíndricos	90
4.4	Caracterización de compactos	95
<b>5</b>	<b>Conclusiones</b>	<b>117</b>
	<i>Bibliografía</i>	119
	<i>Índice alfabético</i>	123
	<i>Glosario</i>	123

# Índice

---

<i>Resumen</i>	III
<i>Abstract</i>	V
<i>Índice Abreviado</i>	VII
 <i>Índice de Figuras</i>	 XIII
<i>Índice de Tablas</i>	XVII
 <b>1 Introducción y objetivos</b>	 <b>1</b>
1.1 Introducción	1
1.2 Objetivos	2
 <b>2 Bases teóricas</b>	 <b>3</b>
2.1 Pulvimetalurgia	3
2.1.1 Producción de polvo metálico	6
2.1.1.1 Propiedades y características de los polvos metálicos	6
2.1.1.2 Técnicas para la producción de polvos metálicos	7
2.1.1.3 Métodos físicos	8
2.1.1.4 Métodos químicos	10
2.1.1.5 Métodos mecánicos	11
2.1.2 Combinación y mezcla de polvos	12
2.1.3 Técnicas de compactación y sinterización	14
2.1.3.1 Compactación en frío	15
2.1.3.2 Sinterización	19
2.1.3.3 Compactación en caliente	23
2.1.4 Técnicas FAST (field assisted sintering techniques)	28
2.2 El níquel en la pulvimetalurgia	36
2.2.1 Propiedades del níquel	36
2.2.1.1 Propiedades físicas	36
2.2.1.2 Propiedades mecánicas	39
2.2.2 Producción de polvo de níquel	40
2.2.2.1 Proceso de refinamiento de carbonilos	40
2.2.2.2 Proceso hidrometalúrgico	41
2.2.3 Aplicaciones del polvo de níquel	42
 <b>3 Materiales y procedimiento experimental</b>	 <b>45</b>

3.1	Introducción	45
3.2	Materiales empleados	45
3.3	Caracterización del polvo	46
3.3.1	Imágenes SEM del polvo	46
3.3.2	Granulometría	47
3.3.3	Densidad de golpeo	49
3.3.4	Compresibilidad	49
3.3.5	Curva resistividad-porosidad	51
3.4	Sinterizado de compactos cilíndricos	53
3.4.1	Sinterización por resistencia eléctrica	54
3.4.1.1	Máquina de sinterización eléctrica	54
3.4.1.2	Matrices y punzones	57
3.4.1.3	Proceso de sinterización	59
3.4.2	Sinterización mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica	66
3.4.2.1	Compactación en frío	66
3.4.2.2	Sinterización	70
3.5	Caracterización de los compactos	73
3.5.1	Densidad y porosidad dimensional	73
3.5.2	Medida de la resistencia eléctrica y obtención de la resistividad	73
3.5.3	Curvas de histéresis	75
3.5.4	Estudio metalográfico	77
3.5.4.1	Preparación metalográfica	77
3.5.4.2	Macrografías	81
3.5.4.3	Micrografías	82
3.5.5	Ensayo microdureza Vickers	83
<b>4</b>	<b>Resultados y discusión</b>	<b>85</b>
4.1	Introducción	85
4.2	Caracterización de polvos	85
4.2.1	Morfología de los polvos	85
4.2.2	Granulometría	86
4.2.3	Densidad de golpeo	87
4.2.4	Curva de compresibilidad	88
4.2.5	Curva de resistividad-porosidad	89
4.3	Sinterizado de compactos cilíndricos	90
4.3.1	Designación de los compactos	90
4.3.2	Análisis de las experiencias SRE	92
4.3.2.1	Análisis de la porosidad y resistencia eléctrica	93
4.3.2.2	Análisis de la presión y altura de la masa de polvo	94
4.3.2.3	Análisis de la energía e intensidad de corriente	94
4.4	Caracterización de compactos	95
4.4.1	Porosidad global	95
4.4.2	Resistividad eléctrica	98
4.4.3	Curvas de histéresis	100
4.4.4	Estudio metalográfico	103
4.4.4.1	Macrografías	104
4.4.4.2	Micrografías	105
4.4.5	Distribución de la microdureza en los compactos	113

---

<b>5 Conclusiones</b>	<b>117</b>
<i>Bibliografía</i>	119
<i>Índice alfabético</i>	123
<i>Glosario</i>	123





# Índice de Figuras

---

2.1	Cojinetes autolubricados fabricados mediante pulvimetalurgia	3
2.2	Ilustración del proceso llevado a cabo durante la ruta convencional pulvimetalúrgica	4
2.3	Diagrama de flujo de las etapas ejecutadas para la fabricación de una pieza mediante pulvimetalurgia	4
2.4	Ejemplos de las distintas formas posibles que pueden presentar los polvos metálicos	6
2.5	Esquemas ilustrativos de la producción de polvos metálicos mediante atomización por gas. Izquierda: configuración de mezclado interno. Derecha: configuración de mezclado externo	8
2.6	Esquema ilustrativo de la producción de polvos metálicos mediante atomización por agua	9
2.7	Esquema ilustrativo de la producción de polvos metálicos mediante atomización con electrodo fungible rotatorio	9
2.8	Esquema ilustrativo de la producción de polvos metálicos mediante el método electroquímico	11
2.9	Dispositivos de combinación y mezclado de polvos: a) tambor rotatorio, b) doble cono rotatorio, c) mezclador de tornillo y d) mezclador de paletas	13
2.10	Dispersión de partículas de segunda fase en una mezcla de polvos	13
2.11	Ilustración esquemática de la dependencia de la resistencia a la tracción y la ductilidad en función de la densidad teórica	14
2.12	Ilustración esquemática de la dependencia de la tenacidad y la vida por fatiga en función de la densidad teórica	14
2.13	Etapas del prensado uniaxial de polvos metalúrgicos	15
2.14	Evolución de las partículas de polvo metalúrgico durante la compactación	15
2.15	Curvas de compresibilidad del polvo metálico al ser sometido a la etapa de compactación	16
2.16	Sistema de compactación isostática en frío	16
2.17	Proceso llevado a cabo en el moldeo de polvos por inyección (PIM)	18
2.18	Proceso llevado a cabo en la laminación de polvos	19
2.19	Evolución microestructural de partículas de óxido de magnesio durante la sinterización	20
2.20	Principales mecanismos de sinterización en la zona del cuello	21
2.21	Esquema ilustrativo de la evolución microestructural durante las distintas etapas de sinterización en fase sólida	21
2.22	Esquema ilustrativo de la evolución microestructural durante las distintas etapas de sinterización en fase líquida	22
2.23	Temperaturas a las que se realizan los distintos métodos de sinterización en un diagrama de fases	23
2.24	Comparación entre las etapas seguidas en la ruta convencional pulvimetalúrgica (Izquierda) y la compactación en caliente (Derecha)	23

2.25	Esquema de las modalidades existentes de compactación en caliente	24
2.26	Sección transversal de una prensa de HIP	25
2.27	Evolución del número de publicaciones relacionadas con las técnicas ECAS a lo largo de los años	30
2.28	Esquema del proceso de sinterización: a) compactación en caliente y b) ECAS	31
2.29	Curvas de histéresis para una material magnéticamente blando y un material magnéticamente duro	39
3.1	Imagen SEM de alta resolución del polvo de níquel Ni T255 empleándose un aumento 10000x	46
3.2	Microscopio electrónico de barrido Fei Teneo del Servicio de Microscopía de la Universidad de Sevilla	47
3.3	Esquema ilustrativo del proceso de espectrometría de difracción por rayos láser	48
3.4	Analizador láser MALVERN modelo Mastersizer 2000	48
3.5	Pulidora vibratoria empleada para la determinación de la densidad de golpeo	49
3.6	Esquema ilustrativo del montaje para la realización del ensayo de compresibilidad del polvo	50
3.7	Máquina universal de ensayos INSTRON 5505 empleada para la realización del ensayo de compresibilidad	50
3.8	Esquema ilustrativo del montaje empleado para la obtención de la curva resistividad-porosidad	52
3.9	Máquina de ensayos universal Shimadzu AG-IS	52
3.10	Fotografía de las probetas cilíndricas obtenidas	53
3.11	Máquina de soldadura por puntos Serra Beta 214 Código 77627	54
3.12	Sonda de temperatura y termómetro empleados para registrar la temperatura inicial mantenida por el sistema de refrigeración	56
3.13	Amplificador Penko modelo SGM430 empleado para amplificar la señal registrada por la célula de carga	56
3.14	Captura de la interfaz del software con algunos parámetros modificables para la realización del precalentamiento (Izquierda) y el calentamiento (Derecha)	57
3.15	Punzones de aleación de cobre resistente a la temperatura (98.9 % Cu - 1 % Cr - 0.1 % Zr) empleados en la sinterización por resistencia eléctrica	58
3.16	Matriz cerámica-metálica empleada para la sinterización por resistencia eléctrica	59
3.17	Esquema ilustrativo de la disposición de la matriz, punzones y masa de polvo durante la sinterización por resistencia eléctrica	59
3.18	Diagrama de flujo del proceso llevado a cabo durante la sinterización por resistencia eléctrica	60
3.19	Secuencia de montaje de la matriz con los punzones, obleas y masa de polvo a sinterizar en su interior	61
3.20	Montaje completo del juego de troqueles con la masa de polvo se sitúan en la bancada inferior de la máquina para la posterior sinterización del polvo	62
3.21	Interfaz de la aplicación CPC-Connect en la que se muestra la forma de introducción del modo de programación, intensidades, tiempos y presiones	63
3.22	Hoja de adquisición de datos de la experiencia Ni 255 6-700	65
3.23	Intensidad eficaz frente al tiempo durante la experiencia Ni 255 6-700	66
3.24	Diagrama de flujo del proceso llevado a cabo en la ruta convencional pulvimetalúrgica	67
3.25	Matriz de acero 12419 bonificado de 12 mm de diámetro interno empleada para la compactación en frío de los polvos	68
3.26	Juego de punzones de la matriz cilíndrica empleados para la compactación en frío de los polvos	68
3.27	Máquina universal de ensayos SUZPECAR MUE-60 empleada para la compresión en frío	69
3.28	Máquina universal de ensayos MALICET ET BLIN U-30 para la extracción del compacto en verde	70

3.29	Horno de tubo longitudinal Carbolite empleado para realizar la sinterización de los compactos en verde	71
3.30	Temperatura durante el ciclo de sinterización a lo largo del tiempo	71
3.31	Bomba rotativa TELSTAR 2G6 de $6\text{ m}^3\text{h}$ para asegurar el vacío durante la sinterización	72
3.32	Micro-ohmiómetro del fabricante Chauvin Amoux y modelo CA-6240 empleado para la medición de la resistencia eléctrica de cada uno de los compactos	74
3.33	Esquema ilustrativo del los cuatro puntos del puente de Kelvin	74
3.34	Curva de histéresis en la que se muestra la magnetización (M) del material ferromagnético frente al campo magnético externo (H)	75
3.35	Equipo de magnetización Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH empleado para la obtención de las curvas de histéresis de las distintas muestras	76
3.36	Pletina dispuesta del bobinado que producirá la magnetización-desmagnetización de los compactos	77
3.37	Esquema ilustrativo del corte diametral realizado a todos los compactos cilíndricos	78
3.38	Máquina de corte de precisión Struers modelo Secotom-10 empleada para el corte diametral de los compactos	78
3.39	Prensa empleada para realizar el empastillado de las muestras de la marca Struers modelo CitoPress-10	79
3.40	Compacto cilíndrico empastillado	79
3.41	Desbastadora equipada con una lija de número 60 que presenta carburo de silicio como abrasivo	80
3.42	Lijadora orbital Struers Knuth-Rotor-3 para el desbaste fino de las distintas muestras	80
3.43	Pulidora Struers LaboPol-6	81
3.44	Microscopio óptico Nikon Epiphot 200 empleado para el estudio micrográfico de las distintas muestras	82
3.45	Esquema ilustrativo de los puntos representativos de las muestras donde se obtendrán las micrografías y se realizarán los ensayos de microdureza Vickers	83
3.46	Huella producida por el ensayo de microdureza Vickers HV-1	83
3.47	Microdurómetro Struers Duramin-A300 empleado para la realización de los ensayos de microdureza Vickers en las distintas muestras	84
4.1	Imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) del polvo de níquel Ni T255 a distintos aumentos ( a)1000X, b)2500X, c)5000X y d)10000X)	86
4.2	Distribución granulométrica del polvo de níquel Ni T255	87
4.3	Curva de compresibilidad del polvo de níquel Ni T255 en términos de densidad relativa	88
4.4	Curva de compresibilidad del polvo de níquel Ni T255 en términos de porosidad	89
4.5	Curva de resistividad-porosidad del polvo de níquel Ni T255	90
4.6	Curva de conductividad-porosidad del polvo de níquel Ni T255	90
4.7	Nomenclatura empleada para designar los compactos obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica	91
4.8	Nomenclatura empleada para designar los compactos obtenidos mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica	91
4.9	Diagrama de la secuencia de tiempos seguidos en las distintas etapas de sinterización por resistencia eléctrica	92
4.10	Evolución de la porosidad global y resistencia eléctrica de la masa polvos a lo largo del tiempo durante una experiencia SRE a) Ni T255 6-400 y b) Ni T255 8-1000	93
4.11	Evolución de la presión aplicada y altura de la columna de la masa polvos a lo largo del tiempo durante una experiencia SRE a) Ni T255 6-400 y b) Ni T255 8-1000	94
4.12	Evolución de la intensidad eficaz y energía térmica a lo largo del tiempo durante una experiencia SRE a) Ni T255 6-400 y b) Ni T255 8-1000	95

4.13	Porosidad global de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica y la ruta convencional pulvimetalúrgica	96
4.14	Porosidad de los compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante distintas intensidades y tiempos por sinterización por resistencia eléctrica	97
4.15	Porosidad global de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos la ruta convencional pulvimetalúrgica y del compacto en verde	97
4.16	Resistividad eléctrica de los distintos compactos en función de la porosidad de éstos	99
4.17	Resistividad eléctrica de los compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante distintas intensidades y tiempos de sinterización por resistencia eléctrica	99
4.18	Ciclos de histéresis obtenidos para los distintos compactos cilíndricos de níquel Ni T255 fabricados por las técnicas pulvimetalúrgicas empleadas ( a) 6-400, b) 6-700, c) 6-1000, d) 8-400, e) 8-700, f) 8-1000, g) 10-400, h) 10-700, i) Convencional-Argón y j) Convencional-vacío)	101
4.19	Macrografías de los compactos obtenidos por SRE sin atacar de níquel Ni T255 para distintas combinaciones de intensidad I <sub>2i</sub> y tiempo de calentamiento t <sub>s2</sub>	104
4.20	Macrografías de los compactos obtenidos convencionalmente de níquel Ni T255 pulidas y atacadas químicamente	105
4.21	Patrón de puntos donde se han tomado las imágenes micrográficas de la sección diametral de los compactos	106
4.22	Micrografías que muestran la distribución de porosidad de la sección diametral de la muestra <i>Ni T255 6-400 b</i> empleando un aumento 50X	107
4.23	Micrografías que muestran la distribución de porosidad de la sección diametral de la muestra <i>Ni T255 1200-800 Vacío</i> empleando un aumento 50X	108
4.24	Micrografías que muestran la distribución de porosidad de la sección diametral de la muestra <i>Ni T255 1200-800 Argón</i> empleando un aumento 50X	109
4.25	Micrografías del punto más externo (P1) de las muestras a) <i>Ni T255 6-400 b</i> , b) <i>Ni T255 6-700 b</i> y c) <i>Ni T255 6-1000 b</i> empleando un aumento 1000X	110
4.26	Micrografías del punto central (P5) de las muestras a) <i>Ni T255 6-400 b</i> , b) <i>Ni T255 6-700 b</i> y c) <i>Ni T255 6-1000 b</i> empleando un aumento 200X	110
4.27	Micrografías del punto más externo (P1) de las muestras a) <i>Ni T255 6-700 b</i> , b) <i>Ni T255 8-700 b</i> y c) <i>Ni T255 10-700 b</i> empleando un aumento 1000X	111
4.28	Micrografías del punto central (P5) de las muestras a) <i>Ni T255 6-700 b</i> , b) <i>Ni T255 8-700 b</i> y c) <i>Ni T255 10-700 b</i> empleando un aumento 200X	111
4.29	Micrografía de la zona más externa del compacto de níquel Ni T255 6-400 <i>b</i> empleando un aumento 50X	112
4.30	Micrografía de la zona más externa del compacto (P1) de níquel Ni T255 1200-800 vacío 1 empleando un aumento 500X. a) Muestra pulida, b) Muestra atacada químicamente	112
4.31	Micrografía de la zona central del cuadrante (P3) de níquel Ni T255 1200-800 argón 1 empleando un aumento 500X. a) Muestra pulida, b) Muestra atacada químicamente	113
4.32	Patrón de puntos donde se han realizado los ensayos de microdureza Vickers de la sección diametral de los compactos	113
4.33	Distribución de dureza Vickers HV-1 en los distintos puntos de la sección diametral de los compactos	114
4.34	Dureza Vickers media HV-1 de los distintos compactos en función de la porosidad de cada uno de ellos	115

# Índice de Tablas

---

2.1	Clasificación de las distintas técnicas ECAS según el tipo de onda, el tiempo de descarga y la densidad de corriente	31
2.2	Estudios teóricos realizados sobre técnicas de sinterización por resistencia eléctrica	34
2.3	Propiedades físicas del níquel de alta pureza (>99.97%) y del níquel comercialmente puro (99.5%)	37
2.4	Propiedades mecánicas del polvo de níquel comercial	40
2.5	Propiedades mecánicas de varillas extruidas obtenidas mediante polvo de níquel	40
3.1	Composición en peso del polvo de níquel Ni Type 255	45
3.2	Parámetros empleados para las distintas experiencias de sinterización por resistencia eléctrica	64
3.3	Parámetros empleados para la obtención de los compactos cilíndricos en verde de 12 mm de diámetro	69
3.4	Etapas del ciclo de sinterización	71
3.5	Condiciones empleadas durante los procesos de magnetización y desmagnetización de las distintas muestras	76
3.6	Posiciones del patrón de medida empleado en los ensayos de microdureza Vickers	84
4.1	Valores de distintas variables estadísticas de la distribución granulométrica del polvo de níquel Ni T255	87
4.2	Valores de densidades características del polvo de níquel Ni T255	87
4.3	Valores de la porosidad global de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica y la ruta convencional pulvimetalúrgica	96
4.4	Valores de porosidad global de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos la ruta convencional pulvimetalúrgica y del compacto en verde	98
4.5	Valores de resistencia eléctrica de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica y la ruta convencional pulvimetalúrgica	98
4.6	Valores de la coercitividad de los distintos compactos de níquel Ni T255 dependiendo de la variación de campo magnético externo $dH/dt$	102
4.7	Valores de la saturación de los distintos compactos de níquel Ni T255 dependiendo de la variación de campo magnético externo $dH/dt$	102
4.8	Valores de la remanencia de los distintos compactos de níquel Ni T255 dependiendo de la variación de campo magnético externo $dH/dt$	103
4.9	Valores medios de las durezas Vickers HV-1 de los distintos compactos	115



# 1 Introducción y objetivos

---

## 1.1 Introducción

La ruta convencional pulvimetalúrgica (PM) se basa en la compactación en frío de una masa de polvo para así obtener un compacto en verde, que posteriormente será sinterizado en un horno de manera que se establezcan las propiedades deseadas de la pieza [1] [2]. Esta técnica de fabricación ha tenido una amplia gama de aplicaciones industriales que sigue manteniendo en la actualidad a pesar del estudio de nuevas alternativas. Dichas alternativas tratan de mejorar, al menos parcialmente, la problemática asociada a la tecnología actual. Entre estas nuevas alternativas se encuentra la aplicación directa de electricidad como método de sinterización, la cual ha sido estudiada en un gran número de ocasiones, pero siempre experimentalmente. Dentro de este conjunto de alternativas, conocido como Técnicas de campo asistido (FAST), se encuentran una gran cantidad de variantes y modalidades que presentan como característica principal el reducido tiempo que requieren para fabricar una pieza en comparación con la ruta pulvimetalúrgica convencional.

Entre las técnicas FAST se encuentra el sinterizado mediante resistencia eléctrica (ERS) [3], la cual consiste en la aplicación simultánea de presión y de una corriente eléctrica de bajo voltaje y alta intensidad a una masa de polvo encerrada en una matriz aislada durante unos segundos. Esta técnica fue por primera vez descrita por Taylor [4] en 1933, pero no fue hasta 1955 cuando Lenel [5] realizó los primeros estudios.

En este proyecto se ha empleado tanto la ruta convencional metalúrgica como el sinterizado por resistencia eléctrica (ERS) para comparar algunas propiedades magnéticas, eléctricas y mecánicas del níquel comercialmente puro, más concretamente del polvo de níquel Ni INCO tipo 255. El interés de este material consiste en las excelentes propiedades eléctricas y magnéticas que presenta para su uso en baterías y transformadores gracias a que es un material magnéticamente blando. Además, con el crecimiento de las baterías de níquel-metal hidruro las cuales han sido empleadas en la fabricación de nuevas baterías para vehículos híbridos en China[6], una solución integrada de energía inteligente en Suecia , una batería níquel-metal hidruro de gran robustez a elevadas temperaturas en Oriente Medio , cargas rápidas en periodos de 3 a 5 min , el desarrollo de la Mega Twiceel para mayores escalas de almacenamiento energético y la Collect 600 para sistemas de energía de respaldo en telecomunicaciones [7]; hacen que sea importante estudiar nuevas técnicas de fabricación y como influyen estas en sus propiedades.

La ruta convencional pulvimetalúrgica tiene una gran presencia en la fabricación de elementos de níquel para distintas aplicaciones eléctricas. Sin embargo, existen técnicas como el ERS que permiten reducir considerablemente los tiempos de producción y la problemática que presenta la ruta pulvimetalúrgica convencional. El reto de la técnica ERS es el de pasar de una fase experimental

[8] [9] a ser aplicada como técnica de fabricación en distintos sectores, así como solventar la problemática relacionada con las limitaciones dimensionales de las piezas obtenidas.

## **1.2    Objetivos**

Los objetivos del presente proyecto se pueden enumerar como sigue a continuación:

- 1.** Caracterización del polvo de níquel Ni T255 empleado para la obtención de compactos obtenidos mediante distintas técnicas de sinterización (convencional y por resistencia eléctrica).
- 2.** Obtención de compactos mediante las técnicas pulvimetalúrgicas de sinterización por resistencia eléctrica y la consolidación convencional.
- 3.** Caracterización de los compactos obtenidos mediante las técnicas de sinterización por resistencia eléctrica (SRE) y sinterización convencional.
- 4.** Estudio de la influencia de los distintos parámetros empleados en la sinterización por resistencia eléctrica.
- 5.** Comparación de las propiedades mecánicas, eléctricas y magnéticas que presentan los compactos obtenidos mediante las diferentes técnicas de sinterización empleadas (convencional y por resistencia eléctrica).



## 2 Bases teóricas

---

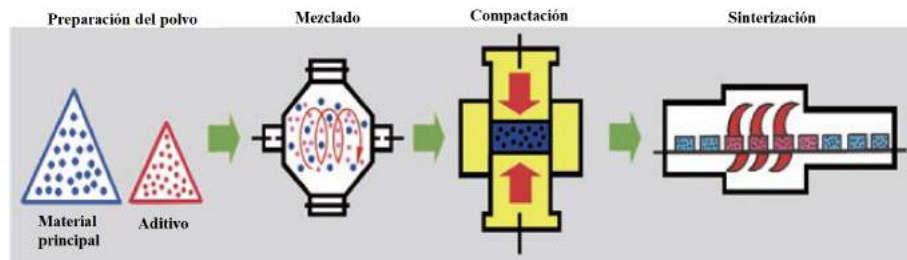
### 2.1 Pulvimetalurgia

La pulvimetalurgia, también conocida por las siglas *PM* de su nombre en inglés (Powder Metallurgy), es la técnica de que permite producir polvos metálicos para obtener productos semiacabados o acabados a partir de dichos polvos. Dichos productos pueden ser obtenidos únicamente mediante un tipo de polvo o mediante la mezcla de polvos con o sin la adición de elementos no metálicos, ya sean cerámicos o poliméricos. Este proceso de fabricación se suele emplear para la producción en masa de piezas pequeñas con una gran precisión y complejidad de forma, debido a su bajo coste ya que presentan un número más reducido de etapas intermedias de fabricación y no se produce desperdicio de material. De modo que uno de los sectores que mayor utilización tiene de esta técnica es el sector de la automoción [2]. En la Figura 2.1 se puede observar un ejemplo de piezas empleadas en el sector automovilístico, como son los cojinetes autolubricados fabricados mediante pulvimetalurgia.



**Figura 2.1** Cojinetes autolubricados fabricados mediante pulvimetalurgia.

La pulvimetalurgia es un proceso que consiste en la mezcla de dosis concretas de polvos metálicos finos con aditivos y lubricantes, la compactación de dicha mezcla para otorgarles la forma deseada de la pieza y finalmente la sinterización, a una temperatura inferior al punto de fusión del componente principal, en una atmósfera controlada durante un tiempo suficiente para que las partículas queden vinculadas mediante un proceso de difusión y se establezcan las propiedades deseadas (Figura 2.2) [1].

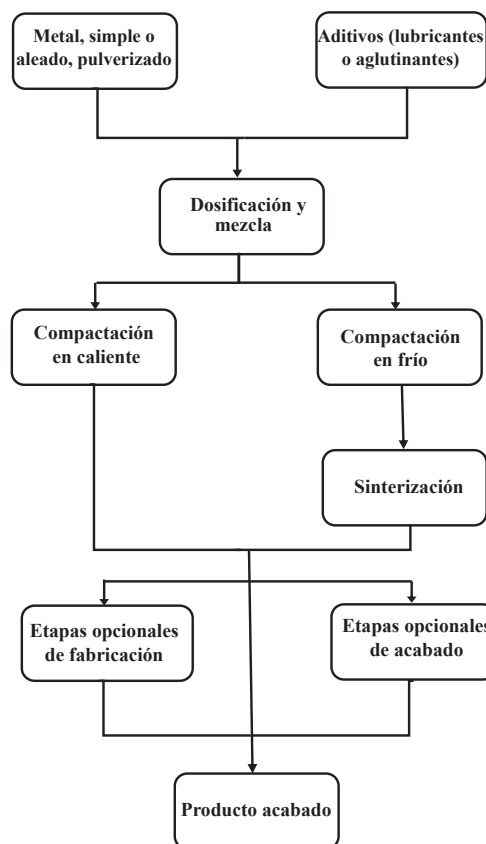


**Figura 2.2** Ilustración del proceso llevado a cabo durante la ruta convencional pulvimetalúrgica.

Las etapas principales de la ruta convencional pulvimetalúrgica son las siguientes:

- Producción del polvo metálico a emplear.
- Dosificación y mezcla de polvo metálico y aditivos
- Compactación.
- Sinterización.
- Operaciones de acabado.

En la Figura 2.3 se muestra un diagrama de flujo de las etapas empleadas para la fabricación de una pieza mediante pulvimetalurgia.



**Figura 2.3** Diagrama de flujo de las etapas ejecutadas para la fabricación de una pieza mediante pulvimetalurgia.

## Aplicaciones de la pulvimetalurgia

Entre los distintos procesos de fabricación empleados en las distintas industrias, la pulvimetalurgia tiene una gran importancia en la fabricación de piezas para distintas aplicaciones y sectores. Actualmente, las principales aplicaciones de las piezas obtenidas por pulvimetalurgia son las siguientes [10]:

- **Piezas estructurales**

Las piezas estructurales suponen una gran parte de los productos fabricados mediante pulvimetalurgia. El material normalmente empleado para este tipo de piezas son las aleaciones de hierro.

Actualmente los ingenieros han conseguido mejorar sus propiedades para poder ser empleados en distintas aplicaciones como son: electrodomésticos, equipos informáticos, motocicletas, maquinaria agrícola y piezas de automoción. Como consecuencia de esta mejora de propiedades su demanda se ha incrementado. Hace diez años, el principal motivo de crecimiento de los productos pulvimetalúrgicos se debió a la elevada demanda de piezas para maquinaria destinada al transporte, como son cigüeñales, engranajes y piezas para sistemas de control de válvulas para una mayor eficiencia del combustible.

Sin embargo, esta tendencia se espera que no cambie incluso con la llegada de los vehículos híbridos y vehículos eléctricos, ya que los productos pulvimetalúrgicos están siendo desarrollados para mejorar la eficiencia de combustible y la aceleración centrándose en: la fabricación de piezas mas delgadas y ligeras, la inhibición de la degradación de la precisión dimensional producida en el sinterizado y en los procesos térmicos posteriores, sustituyendo los procesos térmicos por la sinterización-endurecimiento, y disminuyendo el coste al emplear cromo de bajo coste como elemento para aumentar la resistencia de los productos pulvimetalúrgicos.

- **Piezas tribológicas**

Estas piezas se encuentran relacionadas con la abrasión y la lubricación. Este campo ha sufrido un gran crecimiento como consecuencia de la utilización de aleaciones pulvimetalúrgicas y la mejora de la microestructura de estos materiales; el cual no podría haberse producido con la utilización de acero forjado.

Las aplicaciones de los materiales impregnados en aceite han aumentado gracias a su utilización en electrodomésticos, equipos de audio, equipamiento ofimático y automóviles. En la actualidad también se han comenzado a desarrollar tecnologías que soportan el contacto a alta presión y bajos coeficientes de fricción para el uso de productos respetuosos con el medio ambiente, como equipos TIC (Tecnología de información y comunicación) y maquinaria para la construcción.

En el ámbito de los materiales de alta resistencia al desgaste, las guías de las válvulas como sus asientos, los cuales se fabricaban mediante fundición, están siendo reemplazados por productos pulvimetalúrgicos de bajo coste.

El desarrollo de los materiales está suponiendo una mayor eficiencia de los motores al fabricarse coches más ligeros para un menor consumo de combustible. En la misma tendencia se encuentran los materiales de alta resistencia al desgaste y a la temperatura para la fabricación de piezas de turbocompresores, debido al aumento de temperatura de los gases de escape por el downsizing que están sufriendo en la actualidad los motores.

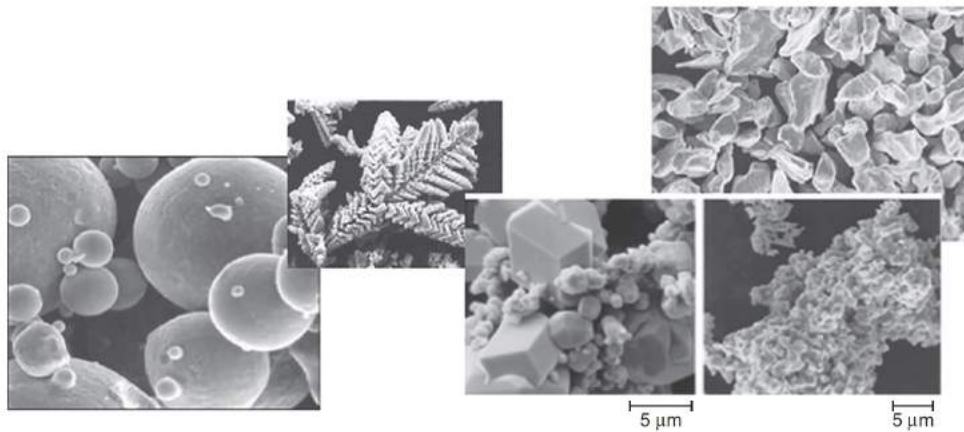
- **Piezas magnéticas**

Durante estos últimos años, debido al rápido desarrollo de los equipos ICT, los cuales utilizan frecuencias más elevadas, son más pequeños, compactos y con menor consumo energético. Ésto supone una mayor demanda de materiales magnéticos avanzados para los automóviles presentes, los cuales emplean controles electrónicos cada vez más avanzados, y para los vehículos híbridos y eléctricos de la próxima generación.

## 2.1.1 Producción de polvo metálico

### 2.1.1.1 Propiedades y características de los polvos metálicos

El polvo se define como aquellas partículas que tienen un tamaño normalmente inferior a 1000 nm [2]. Este polvo metálico, puede presentar distintas formas y tamaños dependiendo de las técnicas empleadas para su obtención, como se puede observar en la Figura 2.4.



**Figura 2.4** Ejemplos de las distintas formas posibles que pueden presentar los polvos metálicos.

La calidad del producto, así como su coste dependerán de las propiedades y características de los polvos [11]. Entre ellas caben destacar:

- **Forma:** depende del método utilizado para obtener el polvo e indica la geometría de la partícula. Existen numerosas formas y se pueden determinar por microscopía óptica o electrónica.
- **Composición:** mediante análisis químico se puede conocer tanto la naturaleza del material como su pureza. Además, es de gran importancia conocer la distribución de las impurezas, así como la oxidación; ya que la oxidación superficial puede dificultar la unión de las partículas.
- **Tamaño y distribución:** el tamaño se expresa en función del diámetro medio para aquellas formas no esféricas y mediante su diámetro para las esféricas. Mientras que la distribución de tamaños es una variable de gran importancia, normalmente expresada en un gráfico de distribución de frecuencias.
- **Porosidad:** representa la compacidad de la partícula de polvo, pudiendo ser superficial o interna. Normalmente se determina mediante microscopía o por la medida de la densidad.
- **Microestructura:** consiste en la observación microscópica de los polvos una vez se encuentren desbastados y pulidos. Gracias a esta observación se puede determinar el tamaño, forma y

diposición cristalina.

- **Densidad:** es la relación entre la masa y el volumen de la masa pulverizada. También existe un gran interés en la definición de la densidad en crudo o en verde de los polvos metálicos, la cual consiste en la determinación de la densidad una vez la masa de polvo ha sido sometida a la etapa de compactación.
- **Superficie específica:** se define como la relación entre la superficie del polvo metálico y su masa. Existen varios métodos para su obtención, pero los más representativos son mediante la medición de la velocidad de disolución del polvo en una reacción química, por permeabilidad, por microscopía o por fenómenos de adsorción.
- **Velocidad de derrame:** se define como el tiempo que requiere una cantidad fija de polvo para derramarse a través de un orificio de dimensiones normalizadas en un recipiente también normalizado. Su interés reside en que permite conocer aproximadamente el tiempo de llenado de los moldes o matrices.
- **Compresibilidad:** es la reducción de volumen que sufren los polvos cuando éstos son compactados. Con esta reducción de volumen se puede determinar la relación de compresión, que se define como el cociente entre la densidad del polvo en verde y la densidad aparente.
- **Consolidabilidad:** se define como la resistencia mínima necesaria para producir un compacto con una resistencia en verde satisfactoria, es decir, sin sinterizar. Una resistencia en verde adecuada es aquella que permite la manipulación del compacto sin sinterizar no produciendo ningún deterioro sobre éste.
- **Plasticidad:** es la capacidad que poseen los polvos de sufrir deformaciones permanentes. Cuanto mayor es esta capacidad mayor es la superficie de los polvos durante la compactación, por lo que mayores serán la resistencia en verde y la densidad. La plasticidad presenta una gran dependencia de la composición química del polvo, de la microestructura y de su forma.
- **Acritud:** se define como la capacidad de endurecimiento por trabajo que presenta el polvo. Este endurecimiento se produce por el deslizamiento de los planos cristalográficos, aumentando así la dureza y el límite elástico del material.

#### 2.1.1.2 Técnicas para la producción de polvos metálicos

Los métodos para la producción de polvos metálicos se pueden clasificar en tres categorías:

- Métodos mecánicos.
- Métodos químicos.
- Métodos físicos.

La elección de un método u otro depende de las propiedades y aplicaciones deseadas para el producto final.

### 2.1.1.3 Métodos físicos

#### Atomización

La atomización es el método más empleado en la producción de polvos metálicos ya que su aplicación incluye una amplia gama de aleaciones y metales. El proceso general de la atomización consiste en las siguientes tres etapas [12]:

- Fundición del metal.
- Atomización, es decir, la desintegración del metal fundido en pequeñas gotas.
- Solidificación y enfriamiento del metal fundido atomizado produciendo así polvo metálico.

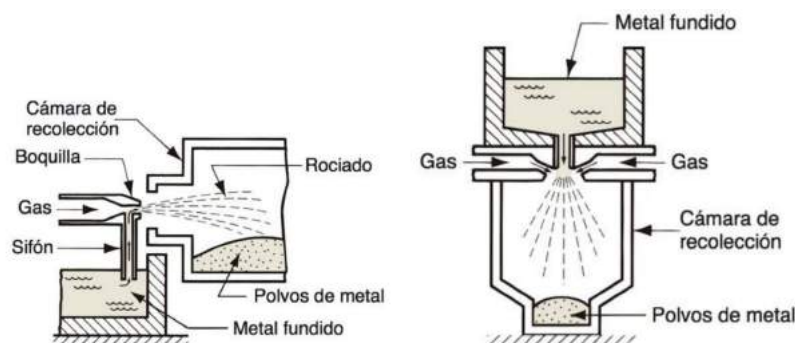
En la mayoría de los casos, después de la atomización se deben aplicar etapas posteriores de procesado para reducir el posible óxido superficial, desgasificar la masa de polvo, clasificarlo por tamaño, etc [12].

Existen una amplia gama de variantes para la atomización dependiendo del método empleado en cada etapa del proceso. Sin embargo, el principal criterio de clasificación es la forma de introducción de la energía para producir la atomización del metal fundido. Teniendo en cuenta este criterio de clasificación, los métodos para la atomización más importantes son:

#### • Atomización por gas

En la atomización por gas una corriente de gas (aire o gas inerte) a elevada velocidad incide sobre el metal en estado líquido para así pulverizar a éste. Debido a la solidificación súbita que sufre el metal al ser atomizado se producen los polvos. A continuación, la masa de polvo formada es recocida en una atmósfera reductora para así eliminar el óxido superficial que pueda haberse formado.

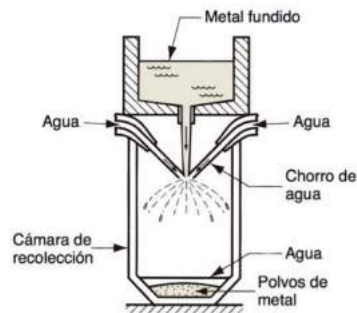
En la actualidad existen dos tipos de configuraciones empleadas para la atomización por gas. Por un lado se encuentra la geometría con mezclado interno (Figura 2.5), en la que el metal fundido es succionado por el gas que atraviesa una boquilla de expansión, siendo proyectado así a un recipiente donde el metal atomizado se solidifica; por otro lado, se encuentra la geometría con mezclado externo (Figura 2.5) en la que el metal fundido circula por gravedad a través de una boquilla y es proyectado y atomizado mediante un chorro de gas a la cámara de recolección.



**Figura 2.5** Esquemas ilustrativos de la producción de polvos metálicos mediante atomización por gas. Izquierda: configuración de mezclado interno. Derecha: configuración de mezclado externo .

- **Atomización por agua**

Este tipo de atomización es similar a la atomización por gas, aunque su diferencia fundamental es que en lugar de emplear una corriente de gas para atomizar el metal fundido, se emplea una corriente de agua a alta velocidad. Ésto produce que los enfriamientos sean mucho más rápidos y por tanto una mayor irregularidad en la morfología. Para producir la atomización del metal fundido, que debe tener una temperatura de fusión por debajo de  $1600^{\circ}\text{C}$ , la presión del chorro de agua debe tomar valores comprendidos entre 6 y 21 MPa de presión [12]. En la Figura 2.6 se representa un esquema ilustrativo de la atomización por agua.

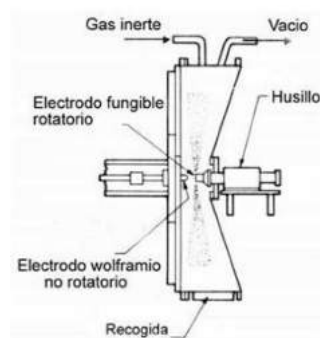


**Figura 2.6** Esquema ilustrativo de la producción de polvos metálicos mediante atomización por agua.

En la actualidad se está empleando aceites sintéticos para evitar el problema que supone la utilización de agua para la atomización por líquidos, que es la oxidación superficial de las partículas.

- **Atomización centrífuga**

La atomización centrífuga también es conocida como atomización por electrodo fungible rotatorio. Este método consiste en la conexión de un lingote de metal a un borne de corriente eléctrica de manera que pueda girar sobre su propio eje a velocidad variable. El otro extremo es una electrodo de wolframio no rotatorio, de manera que entre ambos se aplica un potencial eléctrico suficiente como para fundir el lingote. El metal al ser fundido es atomizado en pequeñas gotas de líquido gracias a la fuerza centrífuga del electrodo giratorio, produciéndose así polvos esféricos. En la Figura 2.7 se muestra un esquema ilustrativo de la atomización con electrodo fungible rotatorio.



**Figura 2.7** Esquema ilustrativo de la producción de polvos metálicos mediante atomización con electrodo fungible rotatorio.

Este método es especialmente utilizado para obtener polvos prealeados ya que se puede emplear electrodo de aleación.

#### **2.1.1.4 Métodos químicos**

Los procesos químicos principales en la pulvimetalurgia requieren la reducción del metal en compuestos como los carbonatos, óxidos, nitratos o los halogenuros con gases (normalmente hidrógeno) o sólidos (carbono o metales altamente reactivos)[12].

##### **Reducción química gaseosa**

Esta metodología permite la obtención de polvo mediante una serie de reacciones químicas que reducen compuestos metálicos a polvos metálicos elementales. La reducción se alcanza gracias a la utilización de gases como el hidrógeno o monóxido de carbono. Este proceso es llevado a cabo en un autoclave a baja presión sometiendo al metal a una temperatura por debajo de su punto de fusión. Normalmente la reducción química gaseosa permite obtener polvos de elevada pureza y forma esférica de hierro, tungsteno y cobre, materiales cuya temperatura de fusión no exceden los 1100°C [13].

##### **Descomposición de carbonilos**

Existen una gran cantidad de metales capaces de reaccionar con monóxido de carbono (CO) para dar lugar a carbonilos metálicos ( $\text{Me}(\text{CO})_x$ ). Los carbonilos son compuestos que presentan bajos puntos de ebullición, de manera que se pueden obtener polvos metálicos al realizarse una descomposición térmica posterior.

Los polvos metálicos obtenidos mediante esta técnica son polvos de Fe y de Ni, ya que los carbonilos que se suelen formar son el carbonilo de hierro ( $\text{Fe}(\text{CO})_5$ , con un punto de ebullición de 102.7°C) y el carbonilo de níquel ( $\text{Ni}(\text{CO})_4$ , con un punto de ebullición de 43°C). Los polvos resultantes presentan una gran pureza, a pesar de la presencia de algunas impurezas de oxígeno y carbono [12].

##### **Proceso de hidruración y deshidruración**

El proceso de hidruración y deshidruración permite la obtención de polvos metálicos a partir de metales capaces de formar hidruros sólidos. Estos hidruros son obtenidos mediante la reacción del metal con hidrógeno molecular a elevadas temperaturas y una presión parcial determinada. Los hidruros se caracterizan por su gran fragilidad, por lo que la formación de polvos a partir de ellos no supone una gran complejidad; normalmente se disocian en vacío al aplicarse una temperatura similar a la temperatura con la que fueron obtenidos.

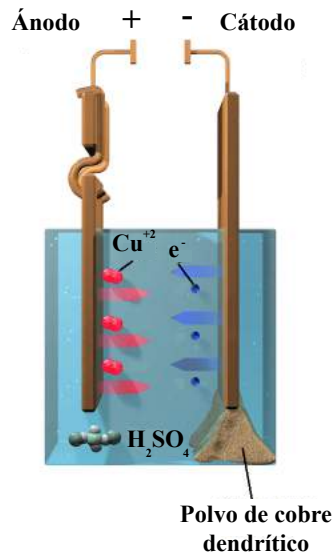
En la pulvimetalurgia los hidruros de mayor interés son de Ti, Zr, Hf, Ta, U, Y, Th, y Mg.

El proceso de hidruración-desdihdruración no requiere de etapas posteriores de purificación. Sin embargo, dependiendo de la calidad del hidrógeno y del sistema de vacío empleados pueden existir ciertas cantidades de oxígeno y nitrógeno en el polvo final.



### Método electroquímico

El método electroquímico, también conocido como método electrolítico, se basa en un proceso de electrólisis (Figura 2.8) realizado con un ánodo soluble y un cátodo de acero inoxidable. El ánodo se irá disolviendo con el efecto de la tensión aplicada produciendo la deposición de los iones metálicos del electrolito sobre el cátodo. Este depósito, tras retirarse y someterse a las operaciones de lavado y secado, es triturado, pulverizado y tamizado, recociéndose finalmente en una atmósfera reductora.



**Figura 2.8** Esquema ilustrativo de la producción de polvos metálicos mediante el método electroquímico.

Mediante este método se suelen obtener polvos de hierro electrolítico y la mayoría de polvos de cobre empleados en la industria pulvimetalúrgica. Sin embargo, esta técnica debido a su dificultad de control y manejo, supone un coste considerablemente superior al coste repercutido en los métodos explicados con anterioridad.

#### 2.1.1.5 Métodos mecánicos

Los métodos mecánicos no suelen emplearse como métodos primarios de obtención de polvos metálicos, salvo en los siguientes casos:

- Materiales frágiles y de elevada dureza.
- Materiales de baja tenacidad.
- Materiales reactivos.
- Materiales en los que el polvo tenga que presentar forma de escamas.

Las técnicas más empleadas en los métodos mecánicos para la producción de polvos metálicos son [14]:

**Corte**

Es el método mecánico más barato para elvadas producciones de polvo metálico. Éste consiste en la aplicación de fuerzas de cizalladura para así formar fragmentos de tamaño milimétrico. Normalmente el polvo obtenido, al no existir un gran control en el tamaño, forma y estructura, se emplea como material de partida para otros métodos de producción de polvos.

**Impacto**

Es un método que permite obtener polvos metálicos por medio de impactos en materiales frágiles como carbonatos, óxidos, intermetálicos o metales fragilizados. Para ello, se dispone de una molino cuyo interior alberga un conjunto de bolas, de manera que el giro del molino permite la obtención del polvo debido al impacto de las bolas.

**Rozamiento**

Consiste en la obtención de polvo metálico de 1 a 100 mm mediante el rozamiento con otro material de mayor dureza.

**Compresión**

Se basa en someter al material a compresión hasta llegar a la rotura de éste.

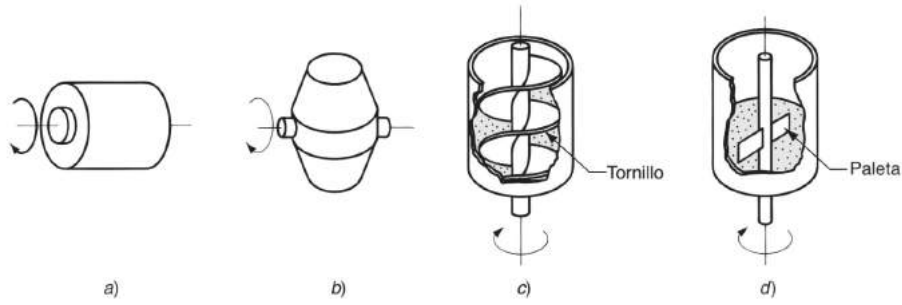
**2.1.2 Combinación y mezcla de polvos**

Con el fin de lograr los resultados deseados durante la compactación y el sinterizado, los polvos metálicos deben ser homogeneizados por completo antes del proceso [13].

La combinación de polvos se define como la mezcla entre polvos de la misma composición nominal para lograr así una distribución del tamaño de partícula deseada. Mientras que el mezclado de polvos consiste en la incorporación de polvos de distintas composiciones químicas [12].

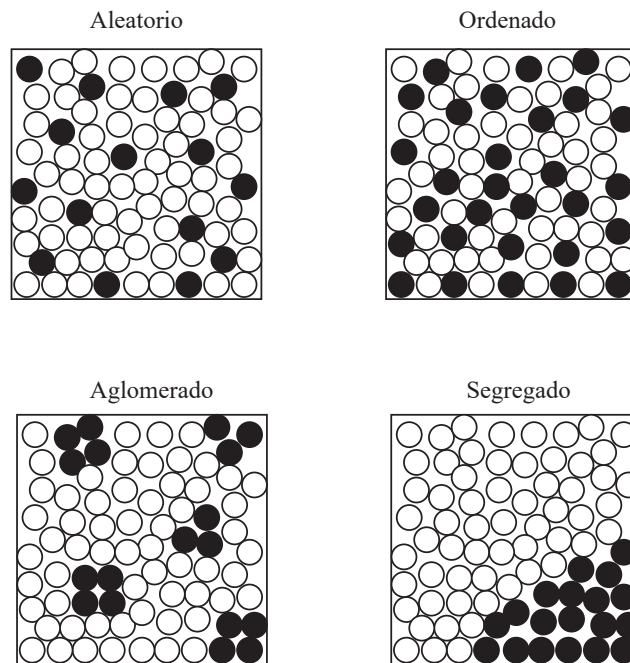
Ambas tipologías de intermezclado de polvos se realizan por los medios mecánicos representados en la Figura 2.9, los cuales son [13]:

1. Rotación en tambor.
2. Rotación en un recipiente de cono doble.
3. Agitación de una mezclador de tornillo.
4. Agitación en un mezclador de paletas.



**Figura 2.9** Dispositivos de combinación y mezclado de polvos: a) tambor rotatorio, b) doble cono rotatorio, c) mezclador de tornillo y d) mezclador de paletas.

Al realizarse cualquier técnica de intermezclado de polvos pueden existir varias distribuciones (Figura 2.10), pero la distribución óptima es la distribución aleatoria de los distintos tipos de partículas [12].



**Figura 2.10** Dispersión de partículas de segunda fase en una mezcla de polvos.

Normalmente se añaden una serie de aditivos a los polvos metálicos durante la combinación o mezclado. Entre los aditivos se encuentra [13]:

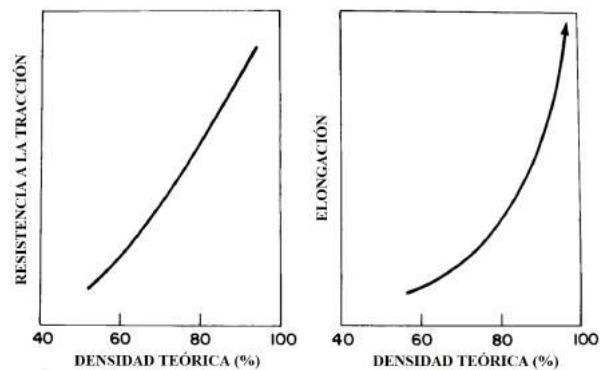
1. Lubricante, para la reducción de la fricción entre las partículas y en las paredes del troquel durante la compactación.
2. Aglutinantes, para que el compacto alcance una resistencia en verde suficiente, es decir, sin ser sinterizado.

3. Desfloculantes, para evitar la aglomeración de los polvos y mejorar el flujo durante el procesamiento posterior.

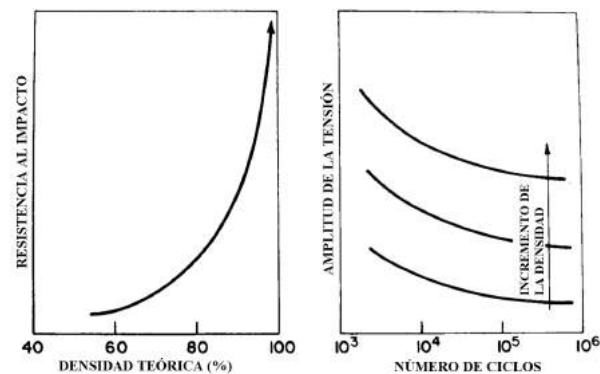
### 2.1.3 Técnicas de compactación y sinterización

La compactación es aquella etapa que tiene como objetivo el de dar forma y consistencia a la masa de polvo para que pueda ser manipulada adecuadamente. Existen varios métodos de compactación clasificados en tres categorías: compactación en frío (técnicas de compactación que requieren de una etapa de sinterizado posterior), compactación en caliente (técnicas de compactación que no requieren de una etapa de sinterizado posterior, es decir, la compactación y el sinterizado se realizan simultáneamente) y las técnicas FAST (field assisted sintering techniques).

Para la obtención de unas propiedades mecánicas, eléctricas y magnéticas aceptables en una pieza obtenida por pulvimetalurgia, es necesaria la consolidación de los polvos hasta alcanzar un nivel determinado de densidad. En la Figura 2.11 se muestra el efecto que presenta la porosidad en propiedades mecánicas como la resistencia a la tracción y la ductilidad; mientras que en la Figura 2.12 se muestra el efecto de ésta en la tenacidad, así como en la vida por fatiga del material. Es importante conocer que la porosidad presenta una mayor sensibilidad en la fatiga y en la tenacidad que en aquellas propiedades estáticas; ésto es debido a que desde el punto de vista de cargas de impacto y de cargas cíclicas, los poros actúan como grietas, concentradores de tensiones y favorecen el crecimiento de grietas [15].



**Figura 2.11** Ilustración esquemática de la dependencia de la resistencia a la tracción y la ductilidad en función de la densidad teórica.



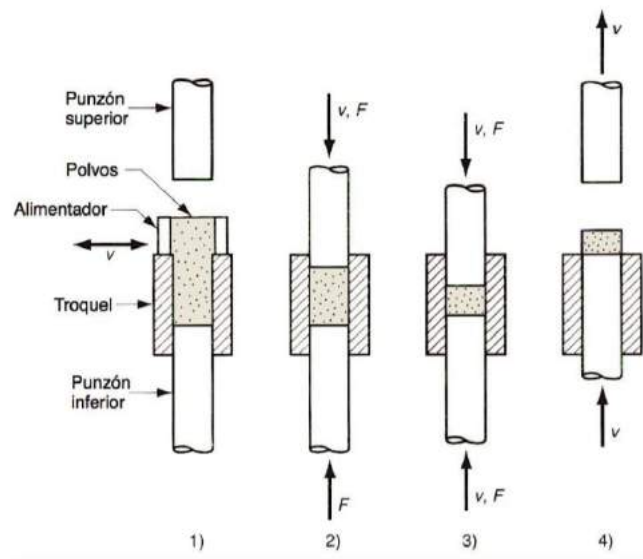
**Figura 2.12** Ilustración esquemática de la dependencia de la tenacidad y la vida por fatiga en función de la densidad teórica.

### 2.1.3.1 Compactación en frío

#### Prensado

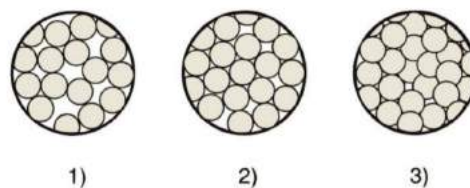
El prensado es el método convencional de prensado de polvos. Para ello, emplea punzones opuestos que aprietan el polvo contenido en una matriz siguiendo las etapas (Figura 2.13) siguientes:

- Llenado de la cavidad de la matriz con polvo metalúrgico.
- Posicionamiento inicial de los punzones antes de la compresión.
- Posicionamiento final de los punzones después de la compresión.
- Eyección de la pieza.

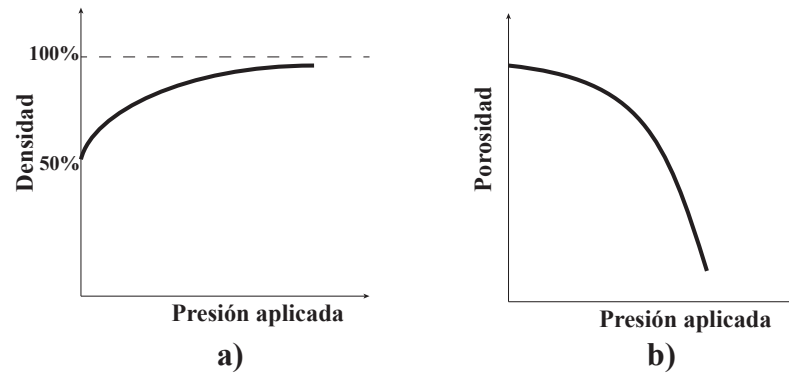


**Figura 2.13** Etapas del prensado uniaxial de polvos metalúrgicos.

La presión aplicada produce al comienzo de la compactación un rempaquetamiento de los polvos, eliminando así los posibles huecos que se forman entre las partículas en la etapa de llenado, por lo que el tamaño de los huecos se reduce y aumentan los puntos de contacto entre las partículas. Posteriormente, al aumentarse la presión las partículas comienzan a plastificar lo cual aumenta el contacto entre éstas. Este proceso mostrado en la Figura 2.14, se puede observar en las curvas de compresibilidad (Figura 2.15) en las que en función de la presión aplicada se puede observar como varía tanto la densidad del compacto como la porosidad de éste.



**Figura 2.14** Evolución de las partículas de polvo metalúrgico durante la compactación.



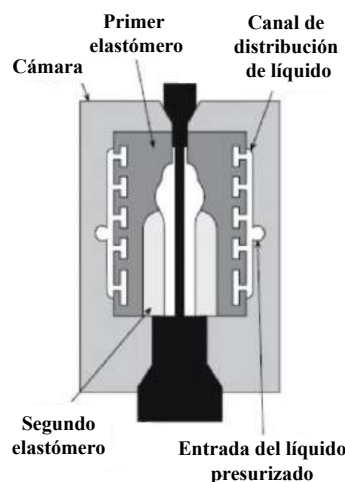
**Figura 2.15** Curvas de compresibilidad del polvo metálico al ser sometido a la etapa de compactación.

Una vez realizado el proceso de compactación, el compacto en verde presenta una densidad mucho mayor que la densidad inicial, como se puede observar en la Figura 2.15. Sin embargo, la técnica de prensado no produce una distribución uniforme y homogénea de la presión sobre el compacto debido al rozamiento que existe entre los punzones y las partículas con las paredes internas de la matriz, así como las partículas entre sí.

Para solventar esta situación, se emplean lubricantes con el fin de disminuir dichas fuerzas de rozamiento. Dicho lubricante se podrá mezclar con los polvos pudiendo afectar a su fluidez, a la compresibilidad y pudiendo incluso reaccionar con éstos. De manera que es de gran importancia la correcta elección de lubricante, así como la cantidad a utilizar. El lubricante empleado, normalmente ceras sintéticas, grafito, ácido esteárico y estearatos de zinc y litio, deben adherirse fácilmente al polvo para evitar así que éste pueda oxidarse, y una vez sinterido el compacto debe evaporarse.

### Compactación isostática en frío

En la compactación isostática en frío, el polvo a compactar es introducido en una matriz fabricada de un material elastómero y es presurizado isostáticamente, es decir, en todas las direcciones, mediante el uso de un fluido como puede ser el agua o el aceite [16]. En la Figura 2.16, se muestra una ilustración de un sistema de compactación isostática en frío.



**Figura 2.16** Sistema de compactación isostática en frío.

La compactación isostática en frío presenta una serie de ventajas con respecto al prensado, entre ellas caben destacar [16]:

- Compactos con densidad más uniforme.
- Elevada densidad en verde, entorno a un 5–15 % superior a la alcanzada con la técnica de prensado aplicando la misma presión.
- Resistencia en verde superior, lo que favorece la manipulación del compacto para ser sometido a etapas posteriores.
- Reducción de las tensiones internas.
- Posibilidad de compactación de polvos sin el uso de aditivos y lubricantes.
- Posibilidad de obtener compactos de formas complejas.

Por otra parte, la compactación isostática en frío presenta también ciertas desventajas, destacando [16]:

- El control dimensional de los compactos en verde es menor en comparación con el prensado.
- El acabado superficial de los compactos es de peor calidad.
- Las matrices de material elastómero de la compactación isostática en frío presentan una vida más reducida en comparación con las prensas.

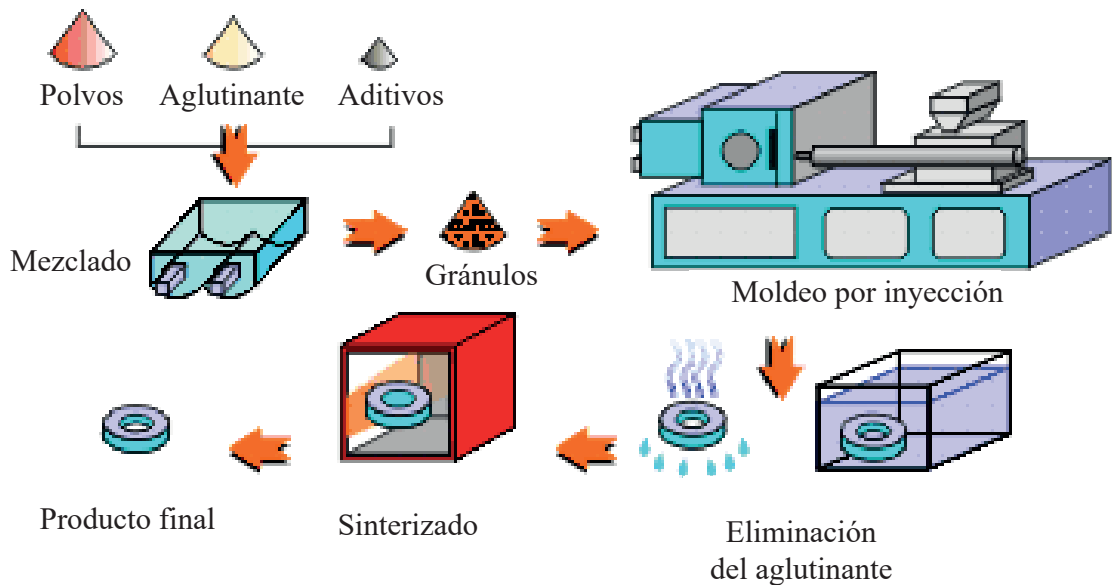
El proceso seguido en la compactación isostática en frío es el siguiente [16]:

1. **Introducción del polvo a ser compactado:** El polvo es introducido en un recipiente sellado que se encuentra parcialmente lleno, lo que provoca el incremento del nivel de líquido del recipiente.
2. **Llenado y ventilado:** El cierre superior se coloca sobre el recipiente, por lo que el aire por encima del nivel del fluido es extraído. De otra manera, la cantidad de energía a utilizar sería mayor para que el recipiente alcanzase la presión de operación, ya que el aire tiene una gran compresibilidad.
3. **Presurización:** El sistema de bombeado de alta presión presuriza el agua hasta alcanzar la presión de operación. En esta etapa, además, se introduce agua para compensar la reducción de volumen que sufren los polvos al ser compactados.
4. **Despresurización:** Durante esta etapa la cantidad de agua sobrante es extraída del recipiente.
5. **Extracción del compacto y sistema de drenaje:** El compacto en verde, así como el molde son extraídos de la cámara de presión. Como consecuencia de la extracción, el nivel de agua cae, aunque volverá a aumentar si se introduce otro molde con material a ser compactado.

### **Moldeo de polvos por inyección (PIM)**

El moldeo de polvos por inyección (PIM) es un método para la fabricación de un elevado volumen de compactos a partir de polvos.

En el proceso seguido en el PIM, los polvos metálicos son mezclados con aglutinantes poliméricos. Dicha mezcla, una vez granulada, es calentada e introducida dentro de una máquina de moldeo por inyección la cual avanza mediante el giro de un tornillo sin fin hacia la matriz, donde es enfriada y posteriormente extraída. Finalmente, el aglutinante es eliminado y el compacto es sinterizado hasta obtener las propiedades deseadas. En la Figura 2.17 se puede observar un esquema ilustrativo del proceso llevado a cabo en el moldeo de polvos por inyección (PIM).



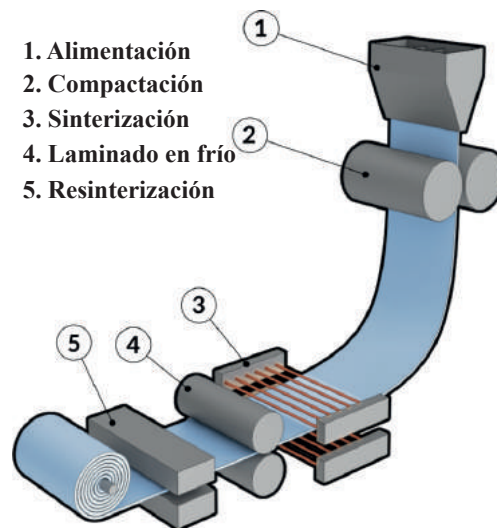
**Figura 2.17** Proceso llevado a cabo en el moldeo de polvos por inyección (PIM).

### Laminación de polvos

Este método se basa en hacer circular los polvos a través de dos rodillos que aplicarán cierta presión para producir la compactación. La masa de polvos, a continuación, es empujada en un sistema de alimentación por un cilindro con una serie de acanaladuras en espiral [17].

En este proceso, que se puede observar en la Figura 2.18, la masa de polvo debe mezclarse con agua y aglutinante celulósico para producir así un lodo fino, que se depositará formando una película continua sobre una banda móvil. Dicha tira, una vez sometida a una operación de desecación, es compactada por un conjunto de rodillos y posteriormente, sinterizada para ligar las partículas, así como para eliminar el aglutinante. Finalmente, la tira ya sinterizada se somete a una operación de laminación y se vuelve a sinterizar permitiendo así reducir la porosidad del compacto [17].





**Figura 2.18** Proceso llevado a cabo en la laminación de polvos.

### 2.1.3.2 Sinterización

En la compactación en frío, una vez obtenido el compacto en verde, éste debe ser sinterizado. La sinterización es un tratamiento térmico que permite adherir las partículas de polvo del compacto entre sí para así aumentar su resistencia mecánica.

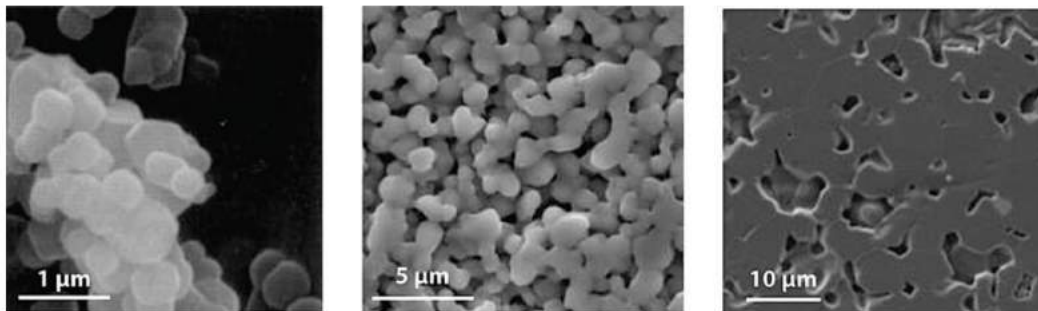
Para realizar la sinterización y que por tanto las partículas de polvo se adhieran entre sí, es necesario someter al compacto en verde a un calentamiento, de manera que la temperatura se encuentre por debajo del punto de fusión de los polvos. Existen dos tipos de sinterización: la sinterización en fase sólida y la sinterización en fase líquida. La sinterización en fase sólida es aquella en la que la temperatura de calentamiento se encuentra por debajo de los puntos de fusión de los distintos polvos que forman el compacto en verde. Mientras que la sinterización en fase líquida, es aquella en la que la temperatura a la que se realiza el calentamiento es superior al punto de fusión de alguno de los constituyentes que forman el compacto en verde [18].

La fuerza motriz de la sinterización es la reducción de la energía libre del sistema [12], la cual es producida por:

- Disminución de la superficie específica debido al crecimiento del área de contacto entre partículas.
- Disminución del volumen de poros y/o la esferificación de éstos.
- Eliminación de las concentraciones de defectos en desequilibrio en la masa de polvos, lo cual es inherente a los procesos de producción de polvos.

Una vez se haya realizado la compactación de la masa de polvo, el área superficial del compacto es muy elevada ya que éste se encuentra formado por una gran cantidad de partículas independientes entre sí. Al someter al compacto a la temperatura de sinterización, se activarán procesos de engrosamiento y densificación debido a la reducción de la energía libre superficial. Este fenómeno producirá la adhesión de las partículas entre sí a través de sus puntos de contacto. Este proceso continúa hasta que las partículas pierden su carácter individual y forman una estructura de granos [19]. En la Figura 2.19, se puede observar la evolución que sufre la microestructura del óxido de magnesio

durante la sinterización. Se debe considerar que cuanto menor sea el tamaño del polvo, mayor será la superficie reactiva al sinterizado, de manera que la fuerza motriz de éste se ve acrecentada.



**Figura 2.19** Evolución microestructural de partículas de óxido de magnesio durante la sinterización.

### Fuerza motriz de la sinterización

Las fuerzas promotoras de la sinterización son:

- Disminución de la energía libre superficial.
- Disminución de la presión de vapor en los cuellos existentes entre partículas.
- Aumento del número de vacantes en las zonas de los cuellos.
- El radio del cuello.
- Temperatura.
- Tiempo transcurrido.

Durante la sinterización se activan mecanismos de transferencia de materia, los cuales tienden a redondear las partículas favoreciendo así la adhesión entre éstas. Las partículas tienden a redondearse ya que ésta es la forma de menor superficie, es decir, la energía libre superficial disminuirá favoreciendo así la sinterización. Además, cuando se produce el engrosamiento o coalescencia, es decir, la fusión de dos partículas, también se producirá una disminución de la energía libre superficial ya que la superficie de las partículas disminuye. Sin embargo, durante la sinterización se lleva a cabo el fenómeno de densificación, el cual produce la disminución del espacio entre partículas y por tanto la formación y crecimiento de límites de grano.

A continuación se comentarán brevemente los principales métodos de sinterización.

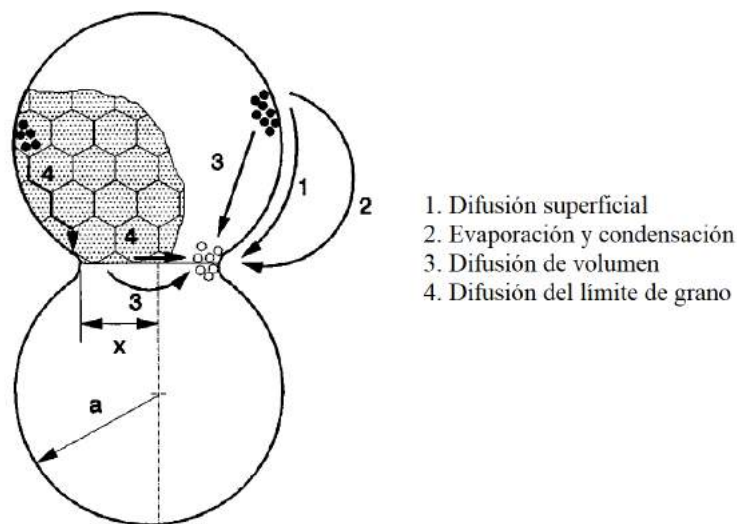
### Sinterización en fase sólida

La sinterización en fase sólida puede dividirse en tres etapas [12]:

- Etapa inicial: Los contactos existentes entre partículas son transformados en puentes sinterizados, los cuales se conocen como cuellos. Incluso antes del sinterizado, los contactos existentes entre partículas no son puntos sino microplanos, cuya extensión dependen de la presión de compactación. Durante esta etapa las partículas de polvo siguen mostrando un

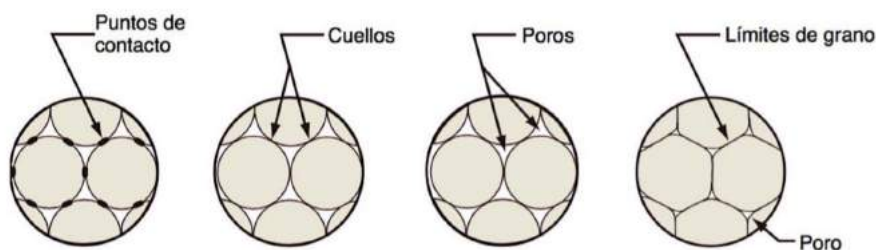
carácter individual. Los límites de grano son normalmente formados entre dos partículas adyacentes en el plano de contacto.

- Etapa intermedia: Cuando el ratio  $x/a$  (Figura 2.20) excede cierto valor después del gran crecimiento del cuello, las partículas comienzan a perder su individualidad; formando así una red coherente de poros y produciéndose el crecimiento de granos, lo cual da lugar a una nueva microestructura. Esta etapa es de gran importancia en la densificación y el establecimiento de propiedades del compacto.
- Etapa final: Se alcanza entre el 90% y el 95% de la densidad teórica y los poros asilados comienzan a obtener una forma esférica. Se debe tener en cuenta que en aquellos casos en los que se generen gases o se absorba la atmósfera de sinterización, éstos quedarán retenidos en los poros. Ésto supone la imposibilidad de una mayor densificación cuando la presión del gas alcanza el equilibrio con la presión debida a la tensión superficial. Cuando los poros están vacíos, debido a una sinterización en vacío, o el gas encerrado es de fácil difusión en la matriz sólida, puede producirse una mayor densificación la cual es muy lenta.



**Figura 2.20** Principales mecanismos de sinterización en la zona del cuello.

En la Figura 2.21 se puede observar la evolución microestructural de las etapas comentadas anteriormente.



**Figura 2.21** Esquema ilustrativo de la evolución microestructural durante las distintas etapas de sinterización en fase sólida.

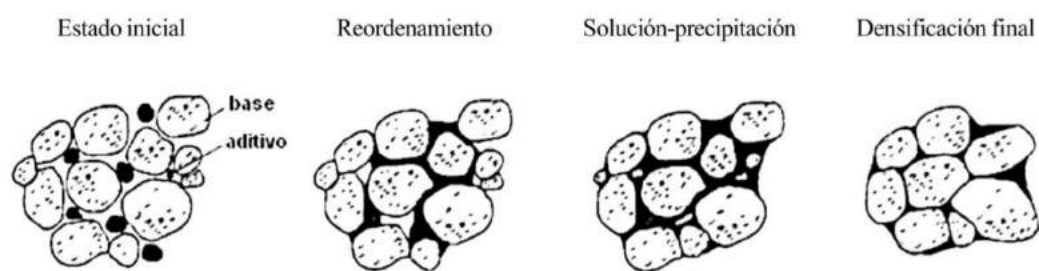
### Sinterización en fase líquida

Para que la sinterización en fase líquida se pueda producir deben emplearse dos de las siguientes mezclas:

- Mezcla de polvos de diferentes composiciones químicas, pudiendo producirse la fusión de uno de los componentes o la formación de un eutéctico.
- Mezcla prealeada calentada hasta alcanzar una temperatura entre la temperatura líquidus y la temperatura sólidus.

La sinterización en fase líquida puede dividirse en las siguientes etapas [14], las cuales se encuentran esquematizadas en la Figura 2.22:

- Sinterización en fase sólida.
- Reordenamiento de las partículas debido a la penetración por fuerzas de capilaridad del material fundido en la estructura del material sólido (reordenamiento primario). Mientras el material fundido penetra, se produce una densificación rápida que depende de la cantidad de fase líquida. Este proceso se encuentra controlado por los movimientos mecánicos que existen en el sistema de capilaridad. Dependiendo de la densidad de las partículas sólidas es posible alcanzar la densificación completa teórica para un porcentaje de líquido de en torno al 35vol- % [12].
- Solución y reprecipitación controlada por los procesos de difusión que se producen en la fase líquida, acompañada por la acomodación de forma y el crecimiento de grano (reordenamiento secundario). Además, se produce una densificación más avanzada y la formación de cuellos entre partículas [12].
- Densificación final: se produce por la conexión sólida entre partículas, lo cual supone el impedimento del reordenamiento de éstas pero no su crecimiento. Se debe tener en cuenta que si el tiempo de la densificación final fuese muy elevado, las propiedades del compacto podrían degradarse [12].

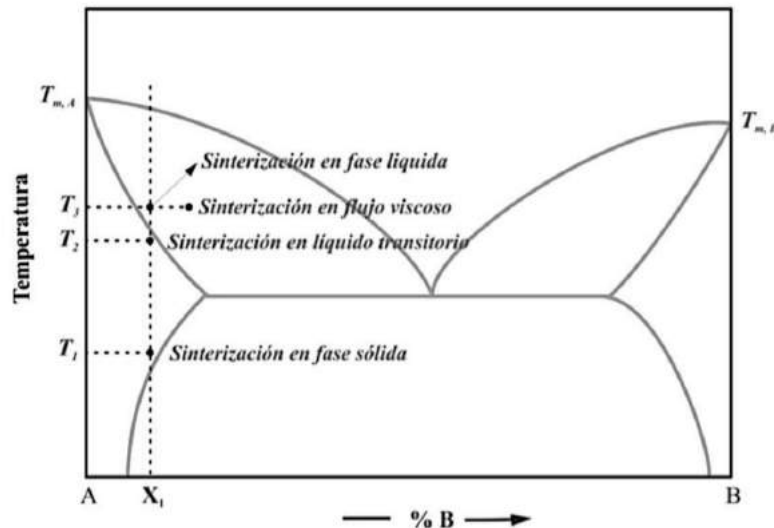


**Figura 2.22** Esquema ilustrativo de la evolución microestructural durante las distintas etapas de sinterización en fase líquida.

La sinterización en fase líquida es preferible ante la sinterización en fase sólida, ya que esta última presenta un mayor coste económico y porque además, en la sinterización en fase líquida el control de la microestructura es más exhaustivo.

Además de los métodos de sinterización en fase sólida y en fase líquida, existen otros métodos de sinterización como son la sinterización en flujo viscoso y la sinterización en líquido transitorio.

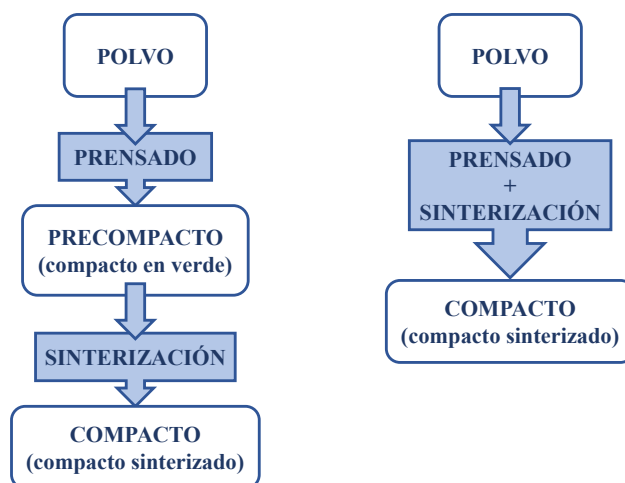
La sinterización en flujo viscoso se produce cuando la fracción volumétrica de material en fase líquida alcanza cierto valor, produciéndose en este momento la densificación de la pieza sin que la forma de los granos se vea alterada. En cuanto a la sinterización en líquido transitorio, ésta es una combinación de la sinterización en fase sólida y la sinterización en fase líquida. En la Figura 2.23 se muestran las temperaturas a las que se producirían los distintos métodos de sinterización en un diagrama de fases.



**Figura 2.23** Temperaturas a las que se realizan los distintos métodos de sinterización en un diagrama de fases.

### 2.1.3.3 Compactación en caliente

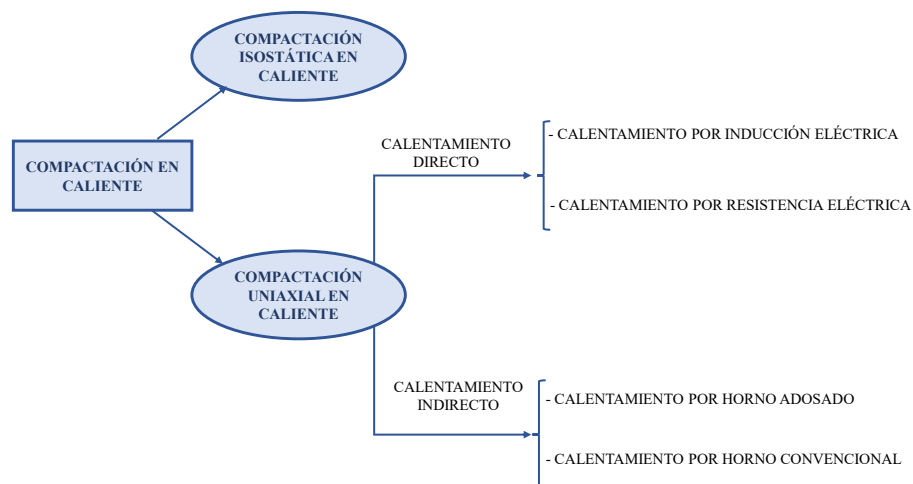
La compactación en caliente es una alternativa a la ruta convencional pulvimetalúrgica, la cual está formada por las etapas mostradas en la Figura 2.24, en la que se muestra una comparación de las etapas seguidas en las dos vías de procesamiento metalúrgico.



**Figura 2.24** Comparación entre las etapas seguidas en la ruta convencional pulvimetalúrgica (Izquierda) y la compactación en caliente (Derecha).

La ventaja que presenta la compactación en caliente frente a la ruta convencional pulvimetalúrgica es que al estar sometido el polvo a una temperatura superior durante la compactación, la resistencia a la deformación que opondrán los polvos será menor, de este modo se obtienen densificaciones cercanas a su totalidad aplicándose presiones relativamente bajas. Como ejemplo de aplicación de dicha ventaja se encuentran las herramientas de corte que presentan partículas de diamante, en las cuales es compleja la eliminación de la porosidad a no ser que se emplee la compactación en caliente.

Existen varias modalidades de compactación en caliente, las cuales se encuentran recogidas en el esquema de la Figura 2.25.



**Figura 2.25** Esquema de las modalidades existentes de compactación en caliente.

La compactación en caliente presenta una serie de ventajas que hacen que sea una técnica de fabricación mediante pulvimetalurgia de mayor interés en comparación con la compactación en frío. Dichas ventajas son las siguientes:

- Al combinarse el prensado y la sinterización se elimina una etapa de procesado así como el transporte del compacto en verde para ser sinterizado.
- Existen menores contracciones del material, de modo que se minimizan los cambios dimensionales.
- Existen polvos para los que no se logra la consolidación mediante compactación en frío y sinterización, pero sí mediante la compactación en caliente.
- Las propiedades físicas y mecánicas del compacto mejoran con la compactación en caliente al alcanzarse mayores densificaciones.

Sin embargo, la compactación en caliente también presenta los siguientes inconvenientes:

- La producción puede ser más lenta debido a que cada matriz de compactación en caliente únicamente puede obtener un compacto. En cambio, la maquinaria empleada en la compactación en frío permite compactar una gran cantidad de piezas en verde que son posteriormente sinterizadas en grupo.

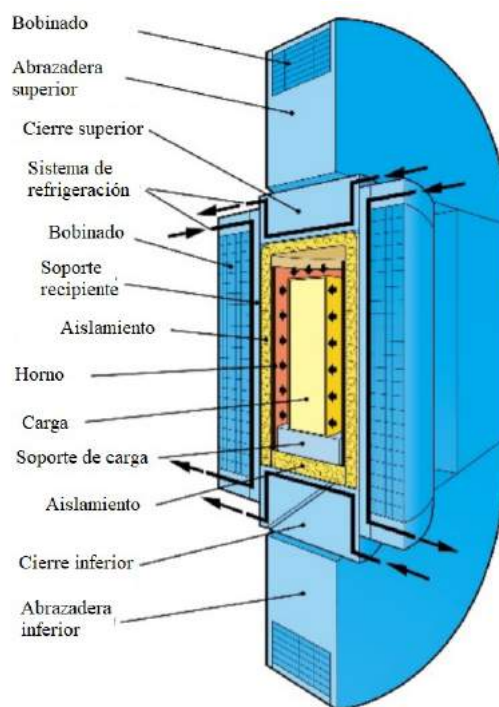
- Al someterse el polvo a elevadas temperaturas durante la compactación, puede producirse la soldadura de dichos polvos a las paredes de la matriz. De manera que la lubricación en este tipo de procesado es de vital importancia, así como la selección de la matriz a emplear, ya que se deben utilizar materiales de elevada resistencia, inertes químicamente y resistentes al desgaste.
- La extracción del compacto de la matriz puede ser delicada, por lo que se tendrá que tener en cuenta el tiempo de enfriamiento de la pieza en una atmósfera protectora.
- Se requiere de una atmósfera adecuada para proteger al polvo debido a las elevadas temperaturas empleadas. Sin embargo, existe un gran número de polvos que no requieren la utilización de una atmósfera protectora.

A continuación se presentarán las distintas modalidades de compactación en caliente existentes:

### Compactación isostática en caliente

La compactación isostática en caliente, conocida por sus siglas en inglés HIP (Hot Isostatic Pressing), es una técnica de compactación en caliente que se basa en la aplicación simultánea de temperatura y presión sobre un recipiente metálico que alberga en su interior polvos o componentes con elevada porosidad con el fin de conseguir una completa densificación [20].

La consolidación en HIP se realiza mediante la introducción una cierta cantidad de polvo en una cápsula con unas dimensiones determinadas y de material similar al polvo a procesar. A continuación, esta cápsula es sellada en vacío y situada en el interior de la prensa de HIP (Figura 2.26), aplicando sobre ésta presión (70–100 MPa) y temperatura (1250°) y produciendo así la densificación de la pieza. La densificación se encuentra gobernada por procesos como son la fluencia y la difusión [20].



**Figura 2.26** Sección transversal de una prensa de HIP.

Este proceso es normalmente empleado para la reducción de porosidad, defectos e incluso como tratamiento térmico de piezas obtenidas por fundición, consolidación de polvos, densificación de piezas metálicas y cerámicas, unión de piezas, infiltración y densificación de piezas obtenidas mediante pulvimetalurgia [21].

La principal ventaja de la compactación isostática en caliente es que permite obtener piezas de gran tamaño con una relación longitud-diámetro muy elevada, lo cual supone grandes dificultades si se realiza mediante otras técnicas [21].

La secuencia de operaciones realizadas antes de la compactación isostática en caliente son la preparación de la cápsula, el llenado de ésta con polvos, la evacuación y el sellado. Una vez realizada la compactación, la cápsula tendrá que ser extraída. Por consiguiente, este proceso supone un mayor consumo de tiempo, por lo que no es económico si se desean elevadas producciones. Sin embargo, es una tecnología de amplia aplicación para obtener la densificación completa de piezas producidas mediante MIM (Metal Injection Molding) y AM (Additive Manufacturing). Para aquellas piezas creadas mediante estas dos técnicas, no es necesaria la utilización de cápsula ya que ésta es fabricada antes de la compactación isostática en caliente. En los recientes desarrollos, los hornos de las prensas de HIP combinan el enfriamiento rápido y templado, lo que no sólo reduce el tiempo de procesado sino que integra además de un tratamiento térmico, un proceso de endurecimiento [20]

### **Compactación uniaxial en caliente**

En la compactación uniaxial en caliente el polvo, o un compacto preformado, es introducido en una matriz en la cual es compactado mediante la ayuda de unos punzones.

Las matrices deben ser de un material de alta resistencia y que sea inerte químicamente al polvo a procesar. Normalmente, se emplea grafito ya que permiten alcanzar temperaturas de hasta 2500°C. Sin embargo, cuando las presiones son muy elevadas, se emplea grafito reforzado con fibra de carbono, wolframio y materiales cerámicos.

Para matrices de acero, las presiones de compactación suelen encontrarse en torno a 100 MPa, siendo éstas más reducidas cuando la matriz es de grafito. Cuando se produce la sinterización en fase líquida se suelen reducir las presiones de compactación para evitar que éste se dirija hacia la superficie del compacto. En cuanto al tiempo de procesado, éste depende de la velocidad de la técnica empleada pudiendo ser del orden de los segundos o de las horas.

La compactación uniaxial en caliente ha tenido una gran importancia en el procesado de materiales cerámicos y de materiales compuestos de base metálica. Sin embargo, en la actualidad la compactación isostática en caliente está ganando mayor relevancia ya que la compactación uniaxial en caliente presenta unos ritmos de producción más bajos, presiones más limitadas y, además, éstas no se distribuyen de forma uniforme.

Dentro de la compactación uniaxial en caliente existen dos tipos de calentamiento:

- **Calentamiento indirecto**

La forma más sencilla de realizar la compactación en caliente es introduciendo en un horno una matriz fabricada con un material resistente al calor y en cuyo interior alberga el polvo metálico. Una vez que la matriz y el polvo hayan sido calentados en el horno, se trasladan ambos a la prensa, donde se producirá la compactación mientras el polvo siga caliente. Sin embargo, el método mencionado anteriormente presentan un conjunto importante de inconvenientes, entre los que caben destacar:



- Las matrices son caras y pesadas.
- Los ritmos de producción son bajos, por lo que se necesita una gran cantidad de matrices.
- Son necesarios sistemas auxiliares para trasladar las matrices calientes una vez extraídas del horno.
- El horno debe tener una potencia elevada para calentar las matrices en tiempos razonables.

Para eliminar todas las dificultades de la técnica anterior, existe otra la cual se basa en la aplicación de presión y temperatura simultáneamente, lo cual se puede lograr mediante el adosamiento de un horno a la matriz. Con esta técnica se pueden alcanzar temperaturas cercanas a la fusión, ya que no es necesario el traslado de las matrices. Además, al ser las temperaturas más elevadas, se pueden aplicar presiones más moderadas, de manera que las matrices pueden ser menos resistentes empleándose materiales más ligeros y económicos.

Existen numerosas tipologías empleadas en los hornos para el calentamiento del polvo; entre todas ellas cabe destacar el horno de gas (gas natural, propano, acetileno), quizás el más común, gracias a que es más económico y más rápido que los hornos eléctricos por radiación. Como alternativa a la utilización de hornos se encuentra la utilización de una corriente eléctrica para calentar la matriz, que suele ser de grafito, paralela o perpendicularmente a la dirección de compactación. Con esta técnica la matriz actuaría como horno de calentamiento, pero presenta el inconveniente de que las intensidades deben ser muy elevadas.

#### • Calentamiento directo

Ante las dificultades presentadas en el calentamiento indirecto y que se encuentran relacionadas con la selección de materiales adecuados para soportar las elevadas temperaturas de los hornos, surgieron las técnicas de calentamiento directo. Dichas técnicas consisten en la aplicación de calor directamente al polvo, lo cual supone menor gasto energético y utilización de materiales con resistencia no tan elevada [22].

Dentro del calentamiento directo existen dos alternativas: calentamiento por inducción y calentamiento por resistencia eléctrica. Ambas alternativas requieren que los polvos sean conductores y las matrices eléctricamente aislantes, o, en su defecto, que se encuentren aisladas del polvo.

Con respecto al calentamiento por inducción, deben cumplirse tres requisitos fundamentales:

- Los polvos tienen que ser eléctricamente conductores y presentar una alta densificación.
- Deben de emplearse frecuencias del orden de los megahercios.
- Las matrices, así como los punzones deben ser de un material eléctricamente asilante.

Si se cumplen estos requisitos se puede producir el calentamiento por inducción el cual se caracteriza por su rapidez. Sin embargo, existen una serie de inconvenientes entre los que cabe destacar el control de la temperatura, el cual presenta cierta complejidad ya que la medición mediante pirómetros ópticos únicamente es posible si las matrices cerámicas son transparentes. Además, otro inconveniente es el coste de los equipos empleados para producir intensidades de alta frecuencia.

En cuanto al calentamiento por resistencia eléctrica, también conocido como calentamiento

mediante efecto Joule, consiste en la aplicación de presión al polvo mientras que una corriente eléctrica atraviesa a éste. En esta técnica se alcanzan tiempos de procesamiento muy cortos, lo cual hace imposible la medición de la distribución de temperaturas mediante pirómetros o termopares. Con respecto a la determinación de la densidad, microestructura y propiedades del material, éstas únicamente pueden ser obtenidas mediante los distintos ensayos realizados a cada material.

El calentamiento por resistencia eléctrica permite la reducción de costes en los equipos ya que pueden emplearse equipos de soldadura por resistencia. Aunque presenta las siguientes dificultades:

- La distribución de la temperatura en el interior del compacto puede ser heterogénea debido al enfriamiento producido por las paredes de la matriz.
- Para que la distribución de la corriente eléctrica sea la adecuada es necesario utilizar formas simples para los compactos.
- La resistencia eléctrica del polvo varía considerablemente con la densidad y la temperatura, de manera que la corriente eléctrica no se distribuirá uniformemente. Para ello, existen dispositivos para el control de la temperatura, los cuales han tenido un gran desarrollo en el campo de la soldadura.

#### **2.1.4 Técnicas FAST (field assisted sintering techniques)**

El sinterizado presenta una gran influencia en las propiedades intrínsecas y extrínsecas de aquellas piezas obtenidas mediante pulvimetalurgia. Ésto es debido a que durante la sinterización se controla tanto la densificación como el crecimiento de grano. Este crecimiento de grano, que puede afectar a las propiedades del material, es producido por las altas temperaturas que requiere la densificación durante el sinterizado [23].

En la actualidad existen técnicas de consolidación, como las técnicas de sinterizado por campo eléctrico asistido (FAST), que cada vez son más empleadas debido a los beneficios inherentes que presentan. Entre estos beneficios se encuentran la aplicación de temperaturas más reducidas que en el sinterizado convencional, una gran reducción del tiempo de ciclo y por tanto un menor crecimiento de grano [23].

#### **Técnicas ECAS**

Entre las técnicas FAST, se encuentran las técnicas ECAS (Electric current activated/assisted sintering), que son un conjunto de métodos de consolidación en los que se aplica una combinación de presión y un campo eléctrico para favorecer la adhesión entre partículas y la densificación. El objetivo principal del campo eléctrico es el de introducir corrientes que permitan alcanzar una determinada cantidad de calor resistivo, así como favorecer el sinterizado de polvos por mecanismos como la eliminación de óxidos, la electromigración y la electroplasticidad. Dicho calor resistivo total se distribuirá de forma que cierta cantidad se concentra en las interfases de las partículas para producir la adhesión entre ellas, mientras que el resto favorece a la deformación plástica [3].

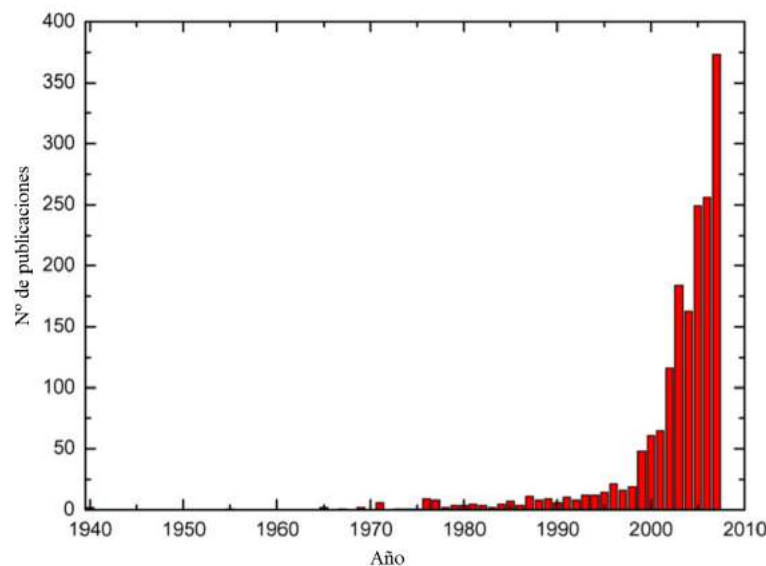
En la actualidad, estas técnicas de sinterización son objeto de un gran número de investigaciones como muestra la Figura 2.27, en la que se representa la evolución del número de publicaciones relacionadas con las técnicas ECAS a lo largo de los años [24]. Este incremento que recientemente ha sufrido la investigación de esta temática se debe a que las técnicas ECAS presentan ventajas

tecnológicas y económicas frente a los métodos convencionales de sinterización anteriormente comentados. Entre dichas ventajas se encuentran:

- Consumo energético reducido, aproximadamente una quinta parte de la energía consumida por la compactación en caliente.
- Ausencia de sistemas auxiliares para el sinterizado.
- Temperaturas más bajas de sinterización.
- Tiempos de espera más reducidos.
- Consolidación de polvos de compleja sinterización.
- Control del gradiente térmico.
- Control selectivo de la densidad en regiones determinadas.
- Precisión en el control de la porosidad.
- Adhesión entre partículas en una única etapa.
- Conservación del tamaño de grano inicial o nanoestructura, debida al reducido tiempo de sinterizado.
- Mejora de la resistencia de las adhesiones entre partículas.

Entre estas ventajas, las bajas temperaturas de sinterización y los tiempos más reducidos de procesado, permiten sinterizar polvos nanométricos o metaestables hasta densidades cercanas a las teóricas con un pequeño crecimiento de grano y límites de grano más limpios [24].

Además, debido a los pequeños tiempos de procesado, se puede realizar la sinterización al aire sin necesidad de control de la atmósfera de sinterizado, ya que dichos cortos periodos de tiempo pueden impedir transformaciones de fase indeseables o reacciones en el material inicial. Debido a todas estas características, las técnicas ECAS permiten obtener piezas finales con una baja tasa de rechazo (lo que supone ahorro de costes considerables), de densidad uniforme cercana o igual a la densidad teórica y de porosidad controlada [24].



**Figura 2.27** Evolución del número de publicaciones relacionadas con las técnicas ECAS a lo largo de los años.

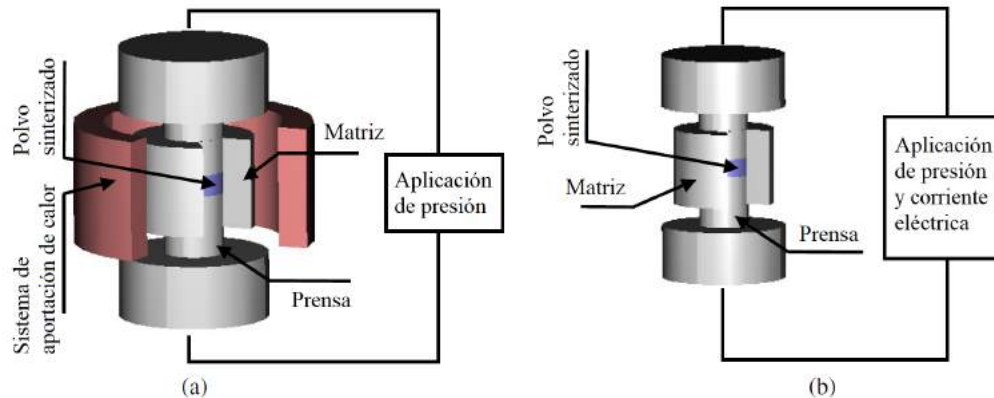
### Descripción del proceso

El proceso seguido en las técnicas ECAS consiste en aplicar simultáneamente corriente eléctrica junto a presión mecánica para así consolidar los polvos o sinterizar y simultáneamente densificar productos específicos con las configuraciones y densidades deseadas. La corriente eléctrica aplicada y la carga mecánica pueden ser constantes a lo largo del ciclo de sinterización o pueden variar durante las distintas fases de densificación. De hecho, la corriente puede estar ajustada por un controlador automático para así poder seguir un ciclo de temperatura establecido previamente [24].

Los polvos a compactar, que pueden ser tanto conductores de la electricidad como aislantes, se sitúan en una matriz para posteriormente ser calentados al aplicar la corriente eléctrica. En el caso de polvos conductores de la electricidad, la matriz puede ser también conductora de la electricidad (grafito, cerámica o acero) o aislante en su defecto. Mientras que si los polvos no son conductores de la electricidad, la matriz debe ser necesariamente conductora de la electricidad para garantizar que el circuito eléctrico se encuentre cerrado. Por este mismo motivo, los electrodos, punzones y separadores empleados deben ser de un material conductor de la electricidad (cobre, grafito, acero inoxidable, etc.). Los polvos conductores de electricidad son calentados por efecto Joule y por la transferencia de calor de la matriz y de los electrodos; por el contrario, en los polvos no conductores únicamente son calentados por la transferencia de calor desde la matriz y electrodos [24].

Las técnicas ECAS utilizan el mismo sistema prensa-matriz que en la compactación en caliente. Sin embargo, existe una gran diferencia entre ambas técnicas que consiste en que las técnicas ECAS, a diferencia de la compactación en caliente, la prensa transfiere electricidad y el calor producido por efecto Joule directamente al polvo. Además, debido a que la densidad de la corriente en las técnicas ECAS es muy elevada, se puede alcanzar una tasa de temperatura de hasta  $1000^{\circ}\text{C min}^{-1}$  [3] (según la geometría de la matriz, las propiedades eléctricas y térmicas del polvo y del sistema de aplicación de electricidad), valor que es mucho mayor en comparación a los  $80^{\circ}\text{C min}^{-1}$  que se obtendría en la compactación en caliente. Este hecho supone que el tiempo de sinterizado en las técnicas ECAS se reduzca considerablemente y por tanto las tasas de producción puedan ser más elevadas. Dichos tiempos de procesamiento pueden ser del orden de segundos hasta minutos, dependiendo del material, del tamaño de la pieza, configuración empleada y capacidad del equipo [3].

En la Figura 2.28 se representan dos esquemas del proceso de sinterizado de la compactación en caliente y de las técnicas ECAS.



**Figura 2.28** Esquema del proceso de sinterización: a) compactación en caliente y b) ECAS.




El principal problema de las técnicas ECAS consiste en que los polvos deben tener una conductancia eléctrica adecuada para lograr una distribución homogénea de la temperatura. De hecho, la corriente y su respectiva distribución de temperaturas en el interior de la muestra son muy sensibles a la homogeneidad de la distribución de la densidad. Además, la existencia de grandes variaciones en la densidad de la muestra, puede provocar sobrecalentamientos localizados e incluso fundir el material [24].

Por estos motivos, la mayoría de las piezas sinterizadas mediante técnicas ECAS presentan una forma cilíndrica o rectangular, ya que las formas simples y los tamaños pequeños (no superiores a 5 cm de diámetro) permiten una mejor sinterización.

### Clasificación

Las distintas técnicas ECAS pueden ser clasificadas, como se muestra en la Tabla 2.1, según el tiempo de descarga, el tipo de onda y la densidad de corriente [3].

**Tabla 2.1** Clasificación de las distintas técnicas ECAS según el tipo de onda, el tiempo de descarga y la densidad de corriente.

Tipo de onda	
<b>Tiempo de descarga &gt; 0.1 s Densidad de corriente &lt;1 kAcm<sup>-2</sup></b>	
<b>Fast ECAS</b>	<b>SER (Sinterizado por resistencia eléctrica)</b> 
	<b>PECS (Sinterizado por pulsos de corriente eléctrica)</b> 
<b>Tiempo de descarga &lt; 0.1 s Densidad de corriente &gt; 10kAcm<sup>-2</sup></b>	
<b>Ultrafast ECAS</b>	<b>Ultrafast ECAS</b> 

Los principales tipos de técnicas ECAS son Fast ECAS y Ultrafast ECAS. Entre éstas la diferencia fundamental se encuentra en los equipos empleados; mientras que en las técnicas Fast ECAS para un tiempo de descarga usual (del orden de minutos) la densidad de corriente y de voltaje se encuentran por encima de  $1 \text{ kAcm}^{-2}$ , en las técnicas Ultrafast ECAS se encuentra por encima de  $10 \text{ kAcm}^{-2}$  [3].

Dentro de las técnicas Fast ECAS existen dos tipos de técnicas clasificadas según el tipo de onda empleada. De manera que se encuentran el sinterizado por resistencia eléctrica (SRE) que emplea corriente continua y el sinterizado por pulsos de corriente eléctrica (PECS) que emplea corriente pulsada con una frecuencia comprendida entre los  $10^2$  y los  $10^8$  Hz [3]. Las técnicas Fast ECAS se pueden emplear tanto para polvos conductores de la electricidad como no conductores [24].

Por otro lado, las técnicas Ultrafast ECAS combinan la aplicación de elevadas presiones y una corriente eléctrica de elevada densidad ( $> 10 \text{ kAcm}^{-2}$ ). El voltaje puede encontrarse del orden de los voltios hasta los kilovoltios, mientras que la corriente es normalmente producida por uno o más condensadores que son descargados en un tiempo inferior a 0.1 s. Se debe tener en cuenta que las técnicas Ultrafast ECAS principalmente se emplean en polvos conductores de la electricidad ya que el calor por efecto Joule se produce a una gran velocidad [24].

### **Expectativas y dificultades**

El conjunto de tecnologías FAST encuentran una serie de problemas que se encuentran por resolver en la actualidad. Entre dichos inconvenientes se encuentran:

1. La selección de materiales para las matrices que puedan soportar un número de ciclos aceptable para que dichas técnicas sean rentables desde el punto de vista comercial.
2. Como consecuencia de la distribución heterogénea de la temperatura por el enfriamiento que se produce en las paredes del compacto debida a la dispersión de calor existente en las paredes de la matriz y en los punzones, hace que la microestructura de la pieza no sea homogénea presentando especialmente una distribución de la porosidad poco uniforme.
3. La imposibilidad de conocer la distribución de la temperatura en el compacto hace que el control del sinterizado en estas técnicas sea mucho más complejo.

Con respecto al conocimiento de la distribución de la temperatura, se han comenzado a emplear matrices transparentes, con las limitaciones que éstas presentan, para determinar la temperatura por métodos ópticos o bien, mediante sondas térmicas por ultrasonidos [25].

Dicho conocimiento de la distribución de la temperatura podría realizarse mediante simulaciones de los procesos de sinterización eléctrica. Estas simulaciones permitirían controlar algunas variables del procesado como el campo de temperaturas, campo de porosidades, campo de tensiones, densificación, etc. Además, permitiría la selección adecuada de intensidad de corriente, tiempo del procesado, presión exterior y materiales para la matricería; lo que supondría una posible implantación industrial.

Aunque existan ventajas y beneficios de la simulación del proceso, los trabajos relacionados con dichas simulaciones son escasos en la actualidad. El motivo de tal carencia podría ser la dificultad que presenta el problema, ya que, acompañando al efecto Joule, las corrientes eléctricas producen microdescargas entre partículas, fusiones parciales e incluso la conversión del metal en plasma. Además, se tiene que tener en cuenta la rápida cinética del proceso, caracterizada con tiempos del orden del segundo e incluso menores, así como el vacío teórico para la descripción mediante ecuaciones del comportamiento térmico, eléctrico y la densificación del polvo durante la

sinterización.

Si a todas estas dificultades se le añaden las distintas variantes de técnicas ECAS que existen, se puede entender entonces por qué dichas técnicas siguen en fase de desarrollo.

Estas variantes, además de influir en el tipo de matriz empleada, también lo hacen en las características de corriente eléctrica empleada. Como ejemplo se tienen los trabajos realizados por distintos autores soviéticos ([26] [27] [28]), que consideraban la utilización de matrices aislantes y corrientes transitorias; a diferencia de otros trabajos más recientes [29] en los que se presuponen matrices eléctricamente conductoras y corrientes pulsatorias. Además, la mayoría de modelos considera una disposición ordenada de partículas de polvo esféricas, lo cual es una situación que se aleja demasiado de la realidad. También, se tendrían que considerar las nanométricas capas de óxido que presentan los polvos metálicos y que dificultan más la descripción del comportamiento de estos materiales.

En la Tabla 2.2 se recogen algunos de los estudios teóricos realizados en los últimos años [30].

**Tabla 2.2** Estudios teóricos realizados sobre técnicas de sinterización por resistencia eléctrica.

<b>Autor(es), (Año), Referencia</b>	<b>Descripción del trabajo realizado</b>
N.F. Medvedenko, M. Z. Kolchiskii y V.V. Skorokhod (1977) [26]	Estudio de la compactación de polvo metálico como elementos de un circuito eléctrico. Establece una relación lineal entre el voltaje de activación de la ruptura de las capas de óxido del polvo metálico y el tamaño del compacto sinterizado en la dirección de paso de la corriente.
T.I Istomina et al. (1983) [31]	Estudio de la sinterización por descarga eléctrica. Modelo sobre la influencia del prensado en frío en las propiedades mecánicas finales de compuestos abrasivos de cobre y estaño.
V.V. Meshkov et al. (1984) [27]	Método para el cálculo de los parámetros de trabajo óptimos en un proceso de sinterización por descarga de polvos conductores.
A.I. Raichenko (1985) [28]	Modelo teórico completo sobre la consolidación de polvos metálicos a través de técnicas de sinterización por pulso eléctrico, sin tener en cuenta la densificación del polvo.
A.I. Raichenko y E.S. Chernikova (1989) [32]	Estudio de la distribución de temperaturas en el polvo y los electrodos durante un proceso de consolidación eléctrica, sin tener en cuenta la densificación del polvo.
G.L. Burenkov et al. (1987 y 1989) [33] [34]	Modelo del fenómeno que tiene lugar en los contactos entre partículas del polvo durante un proceso de sinterización por descarga eléctrica.
A. Zavaliangos et al. (2004) [35]	Simulaciones por elementos finitos para el estudio de la distribución de temperaturas en el polvo y el juego de troqueles durante un proceso de consolidación eléctrica.
G.A. Kriegsmann (2008) [36]	Modelo matemático del proceso de consolidación de polvos metálicos y la sinterización de polvos cerámicos por descarga eléctrica. Emplea métodos asintóticos para aproximar las ecuaciones, y demuestra una relación funcional entre la densidad final y la energía inicial de los condensadores, y de la densidad inicial de la masa de polvo.
J. Räthel, M. Herrmann y W. Beckert (2009) [37]	Estudio de la evolución de temperaturas durante el proceso de consolidación eléctrica, para el caso de materiales conductores y no conductores. A partir de la medida de dos pirómetros (externo e interno), se monitoriza la diferencia de temperaturas durante el proceso de consolidación, estudiando la influencia de la geometría de la matriz y la velocidad de calentamiento.
J. Zhang (2010) [38]	Estudio del modelado teórico en diferentes técnicas de consolidación eléctrica.



### Parámetros de procesado

La tasa calorífica es ahora un parámetro de gran importancia en el sinterizado. Además, la atmósfera, junto con otros parámetros como dicha tasa calorífica y la carga mecánica aplicada pueden ser ajustados para optimizar la sinterización [3].

La electricidad es la primera fuente de calentamiento de los punzones, matriz y polvo a sinterizar. La densidad de corriente y la forma de onda de dicha corriente eléctrica determinarán el tipo de fuente de electricidad [3].

La geometría del sistema es otro factor fundamental que afecta al sinterizado, debido a que la distribución de la temperatura afecta a la homogeneidad de la microestructura de la pieza final. Como se comentó con como anterioridad, ante la ausencia de dispositivos auxiliares de control del calentamiento se deben usar geometrías simples [3].

La forma de aplicar la carga mecánica es también un factor crucial en el sinterizado. Ésta puede ser estática, periódica o impulsiva; de manera que dependiendo del método de aplicación de la carga se obtienen distintos estados tensionales [3].

Durante el procesado de una masa de polvos mediante cualquiera de las técnicas ECAS, es necesario conocer la energía térmica generada por efecto Joule por unidad de masa de polvo, la cual viene dada por el parámetro  $\eta$  conocido como energía térmica específica [39]. Este parámetro  $\eta$  viene definido por la siguiente expresión:

$$\eta = \frac{1}{M} \int_0^t I^2 R(\tau) d\tau$$

donde  $I$  es la intensidad de la corriente que atraviesa al polvo,  $R$  es la resistencia eléctrica del polvo y  $M$  la masa de polvo [39].

### Procesos físicos involucrados

La corriente eléctrica atraviesa tanto el polvo como los punzones, aunque estos últimos, debido a su baja resistividad en comparación con el polvo a sinterizar, sufren un calentamiento inapreciable [40]. En cuanto al calentamiento rápido de los polvos, éstos tienden a deformarse plásticamente y a densificar mientras que el calor es disipado desde dicho polvo hacia la matriz y los punzones mediante conducción.

Existen una gran cantidad de mecanismos propuestos en las técnicas ECAS. Sin embargo, Al-Hassani [41] describe cinco etapas de sinterizado:

- Destrucción de las superficies de las capas contaminantes entre las partículas adyacentes en la dirección en la que la presión es aplicada, la cual viene acompañada por la disminución de la resistencia eléctrica de la pieza y por tanto la corriente circulante por ésta aumenta al existir caminos con menor resistencia eléctrica.
- Adhesión entre partículas debido a la formación de cuellos paralelos a la dirección de la corriente eléctrica. Dichos cuellos existentes entre partículas crecen durante el sinterizado, lo cual disminuye la resistencia eléctrica de la pieza. Sin embargo, debido al aumento de temperatura también se produce un aumento en la resistividad, por lo que es posible que el efecto neto haga que la resistencia eléctrica de la pieza aumente.
- En la tercera etapa, los cuellos existentes entre partículas se oprimen. Las capas superficiales de

las partículas se destruyen en las direcciones radial y acimutal, lo que produce la sinterización entre partículas en estas direcciones.

- La corriente eléctrica atraviesa la pieza por los caminos de menor resistencia eléctrica anteriormente formados.
- Desintegración y pérdida de estabilidad.

## **2.2 El níquel en la pulvimetalurgia**

En la actualidad existe una gran cantidad de polvos de níquel puro que se emplean para la producción de aleaciones mediante pulvimetalurgia ya que mejoran algunas propiedades mecánicas, como la resistencia a tracción y la ductilidad. Estas aleaciones son usadas en mercados de gran competitividad, por ello los polvos de níquel deben ser producidos mediante métodos que permitan un obtener buenas propiedades pero a un precio competitivo.

Por otra parte, las superaleaciones de base níquel obtenidas mediante pulvimetalurgia son empleadas exclusivamente para la fabricación de turbinas eléctricas y componentes de motores para aviación. Recientemente se están utilizando superaleaciones de base níquel en menor cantidad para aplicaciones que requieran resistencia a la corrosión, alta resistencia y buena tenacidad para un amplio rango de temperaturas.

### **2.2.1 Propiedades del níquel**

En este subapartado se presentarán brevemente las propiedades físicas y mecánicas que hacen que el níquel sea un material de gran interés para distintas aplicaciones.

#### **2.2.1.1 Propiedades físicas**

Algunas de las propiedades físicas, como por ejemplo la resistividad eléctrica, tienen una gran influencia ante la presencia de pequeñas cantidades de impurezas como se muestra en la Tabla 2.3, en la que se muestran algunas diferencias en las propiedades físicas del níquel de alta pureza y del níquel comercialmente puro.

**Tabla 2.3** Propiedades físicas del níquel de alta pureza (>99.97%) y del níquel comercialmente puro (99.5%).

	Níquel de alta pureza (>99.97%)	Níquel comercial (99.5%)
<b>Punto de fusión (°C)</b>	1453	1435–1445
<b>Punto de ebullición (°C)</b>	2730	–
<b>Presión de vapor (mm Hg)</b>	$9.40 \cdot 10^{-3}$	–
<b>Calor específico (20°C) (J/kg°C)</b>	460	460
<b>Conductividad térmica (90°C) (W/°Cm<sup>2</sup>)</b>	260	220
<b>Coefficiente de expansión térmica (°C<sup>-1</sup>)</b>	$1.60 \cdot 10^{-5}$	$1.50 \cdot 10^{-5}$
<b>Resistividad eléctrica (μΩcm)</b>	7.16	9.5
<b>Temperatura de Curie (°C)</b>	350	360
<b>Saturación en la magnetización (Wb/m<sup>2</sup>)</b>	0.617	0.6
<b>Permeabilidad máxima (Wb/m<sup>2</sup>)</b>	0.2–0.3	0.15–0.2
<b>Permeabilidad inicial (Wb/m<sup>2</sup>)</b>	0.02	0.02
<b>Inducción residual (Wb/m<sup>2</sup>)</b>	0.3	0.31
<b>Módulo de elasticidad (Gpa)</b>	206	204
<b>Módulo de elasticidad transversal (Gpa)</b>	82	80
<b>Coefficiente de Poisson</b>	–	0.26
<b>Densidad (g/cm<sup>3</sup>)</b>	8912	8885

### Propiedades térmicas

El punto de fusión del níquel es de 1453°C, valor que depende de la cantidad de impurezas, las cuales reducen dicho punto de fusión.

Como se muestra en la Tabla 2.3, el calor específico no varía entre el níquel de alta pureza y el níquel comercialmente puro. Sin embargo, la conductividad térmica y el coeficiente de expansión térmica presentan una gran influencia ante la presencia de impurezas.

Con respecto a la relación entre la conductividad térmica y la temperatura, la conductividad térmica alcanza su valor máximo para temperaturas muy bajas y alcanzando su valor mínimo para

temperaturas cercanas al punto de Curie, en el cual el material no se expande de forma uniforme.

### **Propiedades eléctricas**

La resistividad eléctrica del níquel aumenta con el incremento de temperatura y también con el contenido de impurezas, lo cual se puede observar en la Tabla 2.3, en la que la resistividad eléctrica del níquel de elevada pureza es considerablemente inferior a la del níquel comercial. Para temperaturas interiores a  $90^{\circ}\text{C}$  la resistividad del níquel de elevada pureza es muy bajo en comparación al valor de dicha resistividad para mayores temperaturas. A diferencia de lo que ocurre con las curvas de conductividad térmica y expansión térmica las cuales sufren una discontinuidad pronunciada para temperaturas cercanas a la temperatura de Curie, la resistividad eléctrica únicamente sufre un cambio de pendiente para dichas temperaturas.

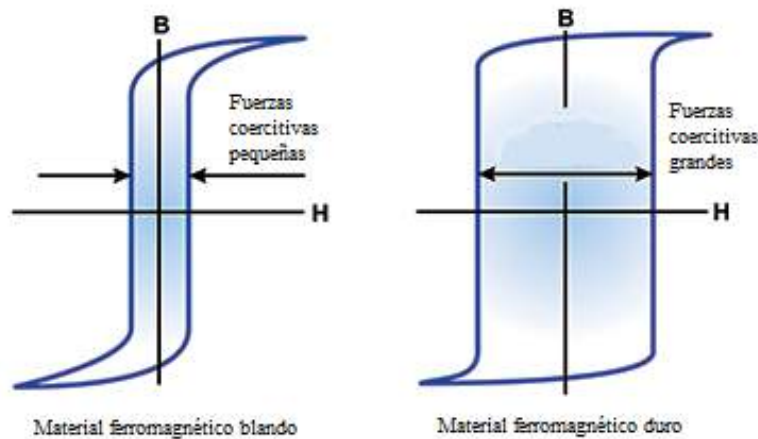
### **Propiedades magnéticas**

Los materiales ferromagnéticos, como son el níquel, hierro, cobalto y algunos óxidos, son capaces de mantener su ordenamiento magnético a temperatura ambiente después de ser magnetizados. A medida que la temperatura aumenta, este tipo de materiales alcanzan un punto en el cual pierden su ordenamiento magnético pasando a ser materiales paramagnéticos. Este cambio del ordenamiento del material se produce en la temperatura de Curie, por lo que para que el material pueda emplearse en aplicaciones magnéticas es necesario que dicha temperatura sea lo más elevada posible. En el caso del níquel la temperatura de Curie es de  $350^{\circ}\text{C}$  lo cual hace que dicho material sea potencialmente empleado en aplicaciones magnéticas. Debe tenerse en cuenta que a pesar de que la temperatura de Curie es aquella en la cual el comportamiento ferromagnético del material es cesado, dicha disminución en el magnetismo con el aumento de la temperatura es gradual y su efecto se expande para un rango amplio de temperaturas por debajo del punto de Curie.

La temperatura de Curie depende de algunos factores como son los tratamientos mecánicos y térmicos que el material ha sufrido, así como del tipo y cantidad de impurezas. Esto se puede observar en la Tabla 2.3 en la que cabe destacar que la temperatura de Curie del níquel comercial es mayor que la del níquel de elevada pureza, lo cual es debido a que la existencia de elementos como el hierro y el cobalto aumentan dicha temperatura.

El níquel se encuentra magnéticamente saturado para un flujo de  $0.617\text{ Wb/m}^2$ , y una vez suprimido el campo magnético la inducción residual del material se encuentra en torno a  $0.3\text{ Wb/m}^2$ . Como se muestra en la Tabla 2.3, el contenido de impurezas en el material no tienen mucha influencia en las propiedades magnéticas del níquel.

Un material magnéticamente blando es aquel que una vez se encuentra en saturación, si se suprime el campo magnético  $H$  se desmagnetiza con facilidad, es decir, presenta una magnetización residual baja la cual desaparece para valores de campo magnético  $H$  de signo contrario también bajos. Esto hace que las curvas magnéticas de histéresis sean muy estrechas presentando, por tanto, bajas pérdidas de energía por ciclo. Mientras que un material magnéticamente duro es aquel que presenta una magnetización residual muy elevada, siendo por tanto compleja su desmagnetización incluso con campos magnéticos  $H$  de signo contrario grandes, es decir, son materiales que una vez magnetizados se comportan como un imán permanentemente. En la Figura 2.29, se puede observar las curvas de histéresis de dos materiales ferromagnéticos, uno de ellos blando y el otro duro respectivamente. Se debe tener en cuenta que cuanto mayor es la magnetización residual, mayor es la fuerza coercitiva necesaria para eliminar dicho campo magnético residual; en el caso del níquel se encuentra en torno a los  $3\text{ Oe}$  (Oersted).



**Figura 2.29** Curvas de histéresis para una material magnéticamente blando y un material magnéticamente duro.

Los materiales magnéticamente blandos se suelen emplear en aplicaciones de fácil imantación y desimantación como son los circuitos magnéticos en aplicaciones con corriente alterna (transformadores, generadores, motores, etc.) y en otras aplicaciones donde el material debe desmagnetizarse con facilidad (relés, electroimanes, servoválvulas, etc.). Por otro lado, los materiales magnéticos duros, al proporcionar permanentemente un campo magnético al exterior, se emplean en motores eléctricos y generadores de corriente continua, así como en auriculares, altavoces, etc.

Una de las propiedades que hacen que el níquel sea un material especial es la respuesta ante efectos magnetoestrictivos, es decir, el cambio dimensional que sufren los materiales ferromagnéticos ante la presencia de un campo magnético. Dicho cambio dimensional puede ser de expansión o de contracción, por ejemplo, mientras que el hierro se expande ante la presencia de pequeños campos magnéticos y se contrae para campos magnéticos elevados, el níquel se contrae siempre ante la presencia de cualquier campo magnético.

### 2.2.1.2 Propiedades mecánicas

Existen estudios realizados en un único cristal que muestran una fuerte anisotropía en las propiedades del níquel, pero este efecto no es aparente en mediciones realizadas sobre el material policristalino. El valor medio del módulo de Young se encuentra en torno a los 206 GPa y 204 GPa para el níquel de elevada pureza y el comercial, respectivamente. Además, de acuerdo con Rosenberg [42], el módulo de Young en compresión es el mismo que en tracción.

Por otra parte, el módulo de rigidez transversal  $G$  es aproximadamente 82 GPa para el níquel de elevada pureza y 80 GPa para el níquel comercial. Mientras que el coeficiente de Poisson, es decir, la contracción transversal ante una expansión longitudinal, es 0.26.

Las propiedades mecánicas de los polvos de níquel dependen en gran medida de la densificación obtenida durante el sinterizado de las piezas. Prill y Upthegrove [43] determinaron las propiedades de compactos de polvo de níquel comercial obtenido mediante el proceso de refinamiento de carbonilos, el cual presentaba las siguientes características: tamaño de partícula medio, 3.8  $\mu\text{m}$ ; densidad aparente, 1.87  $\text{kg}/\text{cm}^3$ ; composición: 0.10 % C, 0.08 % O, 0.004 % Fe y menos de 1 ppm de sulfuros. El material fue compactado en un rango de presiones de 30 a 70  $\text{tn}/\text{in}^2$  y sinterizado en una atmósfera de hidrógeno de 2000 a 2100°F durante periodos que variaban de 5 min a 24 horas,

obteniéndose el rango de propiedades respresentadas en la Tabla 2.4.

**Tabla 2.4** Propiedades mecánicas del polvo de níquel comercial.

Propiedad	Valor
<b>Densidad sinterizada ( % de la densidad teórica)</b>	84–95
<b>Resistencia a la tracción (Mpa)</b>	227–530
<b>Tensión de fluencia (0.2 %)(Mpa)</b>	55–206
<b>Elongación (2.54 cm), %</b>	13–25
<b>Impacto Charpy (J)</b>	4–32

Estos rangos de propiedades, los cuales han sido obtenidos variando la presión de compactación para lograr así diferentes densificaciones, indica que las piezas de polvo de níquel obtenido mediante el proceso de refinamiento de carbonilos fabricadas mediante pulvimetalurgia tienen una buena resistencia, ductilidad y tenacidad. Como se puede observar, las mejores propiedades se obtienen para aquellas piezas que tienen menor porosidad y por tanto son más densas.

Por otro lado Worn y Morton determinaron algunas propiedades mecánicas de varillas estruidas obtenidas mediante polvo de níquel producido mediante refinamiento de carbonilos [44]. Dicho polvo fue comprimido a 35 tn/in<sup>2</sup> y sinterizado en dos etapas, la primera a 1100°F durante dos horas en una atmósfera de hidrógeno y la segunda a 2000°F durante otras dos horas, para posteriormente, ser extruido y enfriado al aire. Las propiedades obtenidas mediante este procedimiento que permite obtener densidades cercanas a las teóricas, son las representadas en la Tabla 2.5:

**Tabla 2.5** Propiedades mecánicas de varillas extruidas obtenidas mediante polvo de níquel.

Propiedad	Valor
<b>Dureza Vickers</b>	75
<b>Resistencia a la tracción (Mpa)</b>	275
<b>Tensión de fluencia (0.2 %)(Mpa)</b>	110
<b>Elongación, %</b>	46
<b>Reducción del área, %</b>	65

## 2.2.2 Producción de polvo de níquel

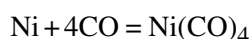
Existen numerosos métodos para la obtención de polvos de níquel. El proceso más común, que permite la obtención de polvos de níquel de elevada pureza, es el proceso de refinamiento de carbonilos, aunque existen otros procesos que dependiendo del material de partida permiten lograr beneficios económicos y técnicos.

### 2.2.2.1 Proceso de refinamiento de carbonilos

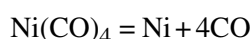
El proceso de refinamiento de carbonilos del níquel fue descubierto en 1889 por los doctores Langer y Mond, quienes posteriormente en 1902 construyeron la primera refinería. Este proceso

es conocido como la mejor tecnología para el refinamiento de níquel puro, debido a que permite obtener un producto de elevada pureza mediante un consumo de energía bastante moderado y con la existencia de pequeñas cantidades de residuos.

El proceso de refinamiento de carbonilos aprovecha la capacidad de obtener carbonilo de níquel gaseoso a partir de níquel con una gran impureza para, posteriormente, ser recuperado en un estado metálico puro mediante un ligero calentamiento. El proceso comienza utilizando como materia prima el óxido de níquel, el cual es introducido continuamente en un horno reductor, que mediante un chorro de hidrógeno a unos 230 °C, produce níquel de forma granular pero con una gran cantidad de impurezas. En la segunda etapa, el níquel reacciona con monóxido de carbono en una atmósfera presurizada para así formar tetracarbonilo de níquel ( $\text{Ni}(\text{CO})_4$ ):



El tetracarbonilo de níquel es posteriormente conducido a una planta adyacente para la realización de una descomposición térmica con el fin de obtener así polvo de níquel de elevada pureza. Para producir polvo, el tetracarbonilo de níquel es inyectado en la parte superior de unas torres desintegradoras cuyas paredes se encuentran a una temperatura entre los 300 °C y los 500 °C, de modo que el gas se descompone instantáneamente en forma de polvo de níquel despositándose en el fondo de la unidad:

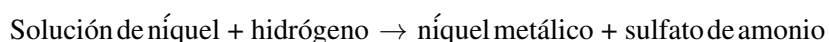


El monóxido de carbono (CO) obtenido es recirculado para reaccionar con el níquel de elevada impureza. Finalmete, el polvo de níquel es almacenado y mezclazo para una mejor uniformidad [2].

### 2.2.2.2 Proceso hidrometalúrgico

Este proceso, desarrollado en 1954 por las minas de Sherritt Gordon, es actualmente empleado en una gran cantidad de compañías mineras para el refinamiento de aquellos minerales que contienen sulfuro de níquel y laterita de níquel. La primera etapa consiste en un proceso de lixiviación en el que la materia prima que contiene níquel es mezclada con sulfato de amonio a una presión comprendida entre los 758 y 827 kPa y temperaturas en torno a los 90–95 °C. Antes de que el níquel sea reducido de la solución lixiviada, se eliminan impurezas como las de cobalto o cobre entre otras.

Para producir polvos de níquel, el níquel es precipitado mediante un proceso conocido como reducción de hidrógeno realizado sobre la solución de níquel. De manera que mediante dicha reducción de hidrógeno, el níquel es reducido en partículas siguiendo la siguiente reacción provocada en el interior de un autoclave de reducción:



El proceso de reducción de hidrógeno es realizado en el interior de un autoclave horizontal que se encuentra a elevadas presiones y temperaturas, el cual es agitado mecánicamente. Éste es por tanto un proceso por lotes que consiste en dos etapas: unas nucleación inicial y una desnificación posterior. En la etapa de nucleación inicial se forman pequeñas semillas de polvo en el autoclave, las cuales crecen en tamaño a medida que se produce la densificación al reducirse la solución en semillas de polvo. Una vez que la reducción se ha realizado, deja de agitarse el autoclave depositándose así el polvo de níquel. A continuación la solución ya reducida es extraída y el autoclave es posteriormente

rellenado con nueva solución de níquel repitiéndose el mismo proceso durante unas 50–60 veces hasta que el polvo de níquel adquiriera el tamaño deseado [2].

### **2.2.3 Aplicaciones del polvo de níquel**

La actual demanda de polvos de níquel obtenidos mediante refinamiento de carbonilos se encuentra en tono a 20000 tn al año. Alrededor del 60 % de dicho consumo es para la industria química para producir así sales de níquel de elevada pureza y para la fabricación de catalizadores de níquel. Además, durante la década de los 90 cuando las baterías de níquel cadmio alcanzaron una gran popularidad, se consumía en torno a 5000 tn de níquel en polvo para la fabricación de electrodos de elevada porosidad, cifra que ha ido decreciendo ante la existencia de las baterías de ión litio.

Entre las aplicaciones de los polvos de níquel se encuentran las siguientes:

#### **Aceros pulvimetalúrgicos**

El polvo de níquel obtenido mediante refinamiento de carbonilos, se suele añadir al hierro en cantidades en tono al 1.5 % al 4 % para mejorar algunas propiedades mecánicas como son la ductilidad y la resistencia a tracción de las piezas obtenidas mediante pulvimetalurgia. Las estructuras metalúrgicas obtenidas mediante la adición de polvo de níquel son normalmente no uniformes. Dicha heterogeneidad, que puede ser ventajosa dependiendo de los requerimientos de la pieza, se produce debido a que la difusión no es completa durante los ciclos de sinterización convencional (1120°C durante 20 a 30 minutos), desarrollándose por tanto fases ricas en níquel en la microestructura del acero. El níquel permite estabilizar la fase austenítica, la cual al ser dúctil y tenaz permite obtener aceros con cierta cantidad de níquel de mayor tenacidad y ductilidad. La microestructura heterogénea también permite mejorar del comportamiento del material ante la fatiga, debido a que impide el crecimiento de grietas gracias a la absorción de energía mediante las transformaciones de fases austeníticas [2].

El níquel también podría ser añadido en formas prealeadas, donde el níquel es mezclado con hierro antes de la atomización. Sin embargo, existe un límite en la cantidad de níquel que puede ser prealeado ya que la compresibilidad y la tenacidad del compacto en verde pueden verse afectadas. En la práctica, la cantidad de níquel prealeado se encuentra en torno a 0.5 %, pero puede llegar al 1.75 % para aceros de baja aleación.

#### **Metales duros**

El polvo fino de cobalto ha sido empleado como aglutinante en aceros duros con base de carburos de tungsteno. Sin embargo, el níquel obtenido mediante refinamiento de carbonilos puede sustituir a los polvos de cobalto cuando en aquellas aplicaciones en las que la resistencia a la corrosión o la tenacidad tengan una gran importancia. Dicho aumento de la ductilidad y la tenacidad de los aceros con presencia de carburos de tungsteno y con aglutinantes de níquel, se produce por la disminución de la dureza y de la resistencia a flexión en comparación con los aceros con carburos de tungsteno y con aglutinantes de cobalto. Además, el proceso de introducir aglutinantes de níquel requieren mayores temperaturas para el mismo porcentaje de peso de aglutinante que si se empleara cobalto, así como la necesidad de un mayor cuidado ante la alta solubilidad que presenta el carbono en el níquel, la cual puede producir fases muy frágiles.



### Herramientas de diamante

Las herramientas de corte impregnadas con diamante se obtienen gracias a la utilización de un aglutinante metálico junto a partículas de diamante dispersas por la herramienta. Los aglutinantes metálicos comúnmente empleados son el cobalto, níquel, bronce o aleaciones de base férrica. Debido al elevado precio de polvo de cobalto, se sustituye cierta cantidad de éste con polvos de níquel para obtener unas propiedades aceptables y un precio más reducido. El níquel es un sustituto de los polvos de cobalto que permite un incremento en la tenacidad de los aglutinantes de cobalto-hierro a cambio de una disminución de la resistencia a la flexión y la dureza [2].

### Sales

La reacción producida entre ácidos sulfúricos y polvo de níquel permite obtener sulfato de níquel de elevada pureza para chapeados. El sulfato de níquel puede ser posteriormente procesado para obtener hidróxidos de níquel  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  de elevada pureza, los cuales son empleados en los electrodos positivos de baterías híbridas de metal-níquel utilizadas en vehículos híbridos, como el Toyota Prius. De manera que está emergiendo un nuevo mercado para el  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  combinado con sulfato de cobalto y sulfato de manganeso para baterías ión litio las cuales son empleadas en vehículos completamente eléctricos.

### Catalizadores

El polvo de níquel es empleado en una gran variedad de catalizadores petroquímicos utilizados para la aceleración de reacciones de craqueado o disociación de gases.

### Baterías eléctricas

Las baterías de níquel cadmio (NiCd) y las níquel metal hidruro (NiMH) utilizan electrodos de níquel de elevada porosidad obtenidos mediante el siguiente proceso: mezcla del polvo de níquel con un aglutinante metilceluloso para la obtención de lodo, recubrimiento de ambos lados de una lámina perforada de níquel, transformación a un estado verde mediante una operación de secado y finalmente sinterizado en un horno a elevada temperatura para la obtención de una porosidad superior al 80%.



## 3 Materiales y procedimiento experimental

---

### 3.1 Introducción

En este capítulo, se detallan los materiales de partida, como cada una de las técnicas experimentales empleadas a lo largo del presente trabajo, además de describirse los pasos y preparativos a realizar para la ejecución de una experiencia de sinterización convencional y sinterización por resistencia eléctrica.

### 3.2 Materiales empleados

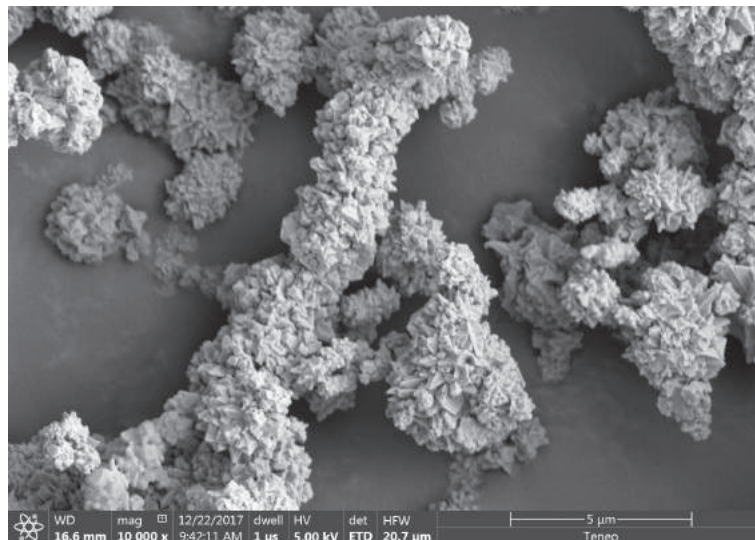
El material empleado en el presente proyecto es polvo de níquel obtenido mediante refinamiento de carbonilos realizado en la refinería de níquel Clydach situada en el Reino Unido y que es comercializada por la empresa Valve INCO bajo la denominación Ni Type 255.

La composición en peso del polvo de níquel Ni Type 255, aportada por el fabricante, es la mostrada en la Tabla 3.1

**Tabla 3.1** Composición en peso del polvo de níquel Ni Type 255.

Ni	C	Fe	O	S
<b>Equilibrio</b>	$\leq 0.3 \%$	$\leq 0.01 \%$	$\leq 0.15 \%$	$\leq 0.001 \%$

El Ni T255 es polvo de níquel de elevada pureza, que presenta una estructura formada por finos filamentos tridimensionales, similares a una cadena. Dicha estructura se puede observar en la imagen SEM de alta resolución del polvo de níquel Ni T255 mostrada en la Figura 3.1.



**Figura 3.1** Imagen SEM de alta resolución del polvo de níquel Ni T255 empleándose un aumento 10000x.

Tal y como hace referencia el fabricante, el Ni T255 es reconocido industrialmente en la producción de electrodos de baterías recargables sinterizados debido a que sinteriza con una gran rapidez formando redes conductoras de alta porosidad y permite la obtención de una distribución de tamaños y de densidades uniformes. Además, el Ni T255 es utilizado en otras aplicaciones como:

- Baterías y pilas de combustible.
- Pigmentos para recubrimientos, especialmente en aplicaciones de protección de interferencias electromagnéticas.
- Polímeros en aplicaciones electrónicas para proporcionar conductividad eléctrica.
- Metalurgia de polvos ya que la estructura en forma de filamentos puede ser descompuesta en pequeñas partículas.

El Ni T255 es producido siguiendo las normativas ISO 9001:2008 y ISO 14001:2004, asegurando un tamaño de partícula comprendido entre 2.2 y 2.8  $\mu\text{m}$  y una densidad a granel 0.50–0.65  $\text{kg}/\text{cm}^3$ .

### 3.3 Caracterización del polvo

Los materiales en forma de polvo tienen un gran número de propiedades por los que pueden ser caracterizados, ya sean considerando la partícula como un ente aislado o la masa de polvos como un conjunto. En el presente trabajo, para tener un conocimiento básico del polvo, se han realizado medidas de porosidad de golpeo, compresibilidad, compresibilidad-resistividad, granulometría y se han obtenido imágenes SEM del polvo para analizar su morfología.

#### 3.3.1 Imágenes SEM del polvo

Para caracterizar la forma de las partículas de polvo de níquel Ni T255 se ha empleado la microscopía electrónica de barrido, SEM (Scanning Electron Microscopy).

Las imágenes SEM del polvo se han obtenido mediante el microscopio electrónico de barrido Fei Teneo (Figura 4.1) del Servicio de Microscopía de la Universidad de Sevilla. Para estudiar superficialmente las partículas de polvo, se ha situado una muestra de polvo sobre una cinta adhesiva conductora de doble cara.



**Figura 3.2** Microscopio electrónico de barrido Fei Teneo del Servicio de Microscopía de la Universidad de Sevilla.

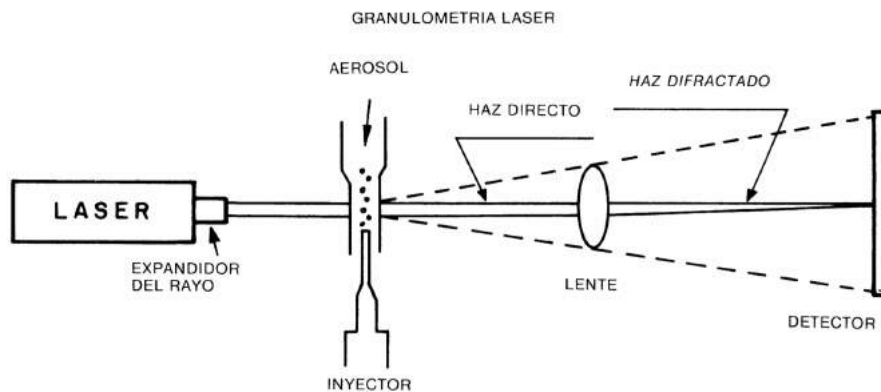
El interés de la microscopía electrónica de barrido radica en la gran profundidad de campo, pudiendo obtenerse imágenes con apariencia tridimensional, que permitirán el estudio superficial de las partículas de polvo.

### 3.3.2 Granulometría

Desde hace bastantes años, el estudio del tamaño de las partículas de polvo es una de las características físicas a las que mayor atención se ha prestado debido a su relación con otras propiedades como la reactividad química y la fluidez del polvo [45].

Entre las distintas técnicas para la determinización de las distribuciones de los tamaños de partícula se encuentran los métodos ópticos, en los cuales destaca la espectrometría de difracción por rayos láser (low angle laser light scattering) ya que es capaz de obtener resultados con rapidez, precisión y reproductibilidad [46].

La espectrometría de difracción por rayos láser, se basa en el hecho de que al hacer incidir un rayo láser monocromático en una muestra pulverizada, que puede encontrarse en seco o en suspensión en un líquido no reactivo, la luz se difracta y se produce una figura de difracción de simetría radial en el plano focal de la lente (Figura 3.3). De manera que si todas las partículas son del mismo tamaño, la figura de difracción seguirá una energía de distribución según la Ley de AIRY. Mientras que si las partículas presentan tamaños diferentes, la figura de difracción se basa en una superposición de imágenes AIRY. La intensidad luminosa de los anillos es directamente proporcional al número de partículas vistas con el haz luminoso, mientras que sus radios son inversamente proporcionales al diámetro de partículas [46].



**Figura 3.3** Esquema ilustrativo del proceso de espectrometría de difracción por rayos láser.

La espectrometría de difracción por rayos láser ha sido el método empleado para medir la granulometría de los polvos de Ni T255. Para ello se ha contado con un analizador láser Mastersizer 2000 de MALVERN mostrado en la Figura 3.4. Dicho equipo posee un láser de He-Ne empleado para la determinación de tamaños de partícula por encima del micrómetro. Para una mejor resolución en la región submicrométrica, presenta también una fuente de luz azul con una longitud de onda de 466 nm, de manera que se puede determinar tamaños de partículas comprendidos entre 0.2 y 2000  $\mu\text{m}$  con gran precisión.



**Figura 3.4** Analizador láser MALVERN modelo Mastersizer 2000.

Para la realización de la granulometría, el procedimiento seguido es:

1. Encendido de la máquina y puesta a cero.
2. Introducción de la muestra en un medio líquido, en este caso agua. Para que las partículas no se encontraran apelmazadas, en la dispersión se empleó un agente tensoactivo (Nodinet P 40, Igepal CA630, fabricado por Fluka).
3. En intervalos de 30 s se aplican ultrasonidos a la muestra, la cual es situada en un dispositivo equipado con un agitador-bomba.

4. Finalmente, se hace incidir los láseres a la muestra. De manera que, dependiendo de la intensidad y ángulo de la luz recogida por los detectores concéntricos, el software del equipo determina la distribución del tamaño de partículas.

### 3.3.3 Densidad de golpeo

La densidad de golpeo permite obtener una medida de la capacidad de densificación del polvo al someter a éste a vibración. La densidad de golpeo se determina mediante la aplicación de la norma ASTM B527 Standard Test Method for Determination of Tap Density of Metallic Powders and Compounds [47].

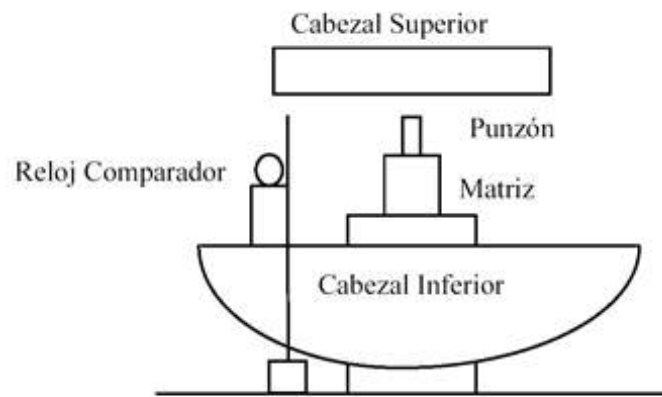
El procedimiento descrito en dicha norma consiste en introducir 5 g de polvo en el interior de una probeta seca de  $10\text{ cm}^3$  con apreciación de  $0.1\text{ cm}^3$ . Posteriormente, la base de la probeta se coloca en la pulidora vibratoria mostrada en la Figura 3.5 sobre una base de goma dura y se somete a vibración durante un minuto para así eliminar el aire que pueda existir entre las partículas de polvo. Finalmente, se determina el volumen de la columna de polvos y se calcula la densidad de golpeo.



**Figura 3.5** Pulidora vibratoria empleada para la determinación de la densidad de golpeo.

### 3.3.4 Compresibilidad

El ensayo para la determinación de la compresibilidad de polvos metálicos mediante compactación uniaxial se encuentra recogido en las normas ASTM B331 (*Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction*) [48] y MPIF Standard 45 (Determination of Compressibility of Metal Powders) [49]. La compresibilidad de un polvo tiene una gran importancia ya que permite determinar la presión de compactación y los requerimientos de las herramientas utilizadas para obtener piezas de elevada densidad, ya que la curva de compresibilidad, la cual representa la densidad relativa del compacto frente a la presión de compactación, establece la forma en que densifican los polvos. Para la obtención de dicha curva de compresibilidad se realizan compactaciones de polvo con diferentes presiones, determinándose, posteriormente, la densidad relativa del compacto en verde a partir de su masa y dimensiones. En la Figura 3.6 se muestra un esquema ilustrativo del montaje para la realización del ensayo de compresibilidad del polvo.



**Figura 3.6** Esquema ilustrativo del montaje para la realización del ensayo de compresibilidad del polvo.

El ensayo de compresibilidad uniaxial se ha llevado a cabo en la máquina de ensayos universal INSTRON 5505 representada en la Figura 3.7



**Figura 3.7** Máquina universal de ensayos INSTRON 5505 empleada para la realización del ensayo de compresibilidad.

Se han realizado compactos cilíndricos de 8 mm de diámetro y con una masa de 3.47 g. Una vez se ha lubricado la matriz y se ha llenado ésta con la masa de polvo anteriormente especificada, se han aplicado dos rampas de subida continua hasta la carga final. La primera rampa está definida a una velocidad de 60 kg/min hasta alcanzar una presión de 25 MPa, mientras que la segunda rampa



se posee una velocidad de 600 kg/min hasa alcanzar los 1285 MPa, presión que mantiene durante dos minutos antes de la descarga.

El cálculo de la densidad relativa del compacto se realiza de la siguiente forma:

1. Cálculo de la densidad del compacto  $\rho$  ( $\text{g/cm}^3$ ) mediante la siguiente expresión:

$$\rho = \frac{m}{\pi(D/2)^2 \cdot H_{\text{int}}}$$

donde  $m$  es la masa de polvo,  $D$  es el diámetro del compacto en verde y  $H_{\text{int}}$  es la altura de dicho compacto en el interior de la matriz.

2. Cálculo de la densidad relativa del compacto ( $\rho_r$ ):

$$\rho_r(\%) = 100 \cdot \frac{\rho}{\rho_0}$$

donde  $\rho_0$  es la densidad del elemento estudiado macizo, es decir, con porosidad nula.

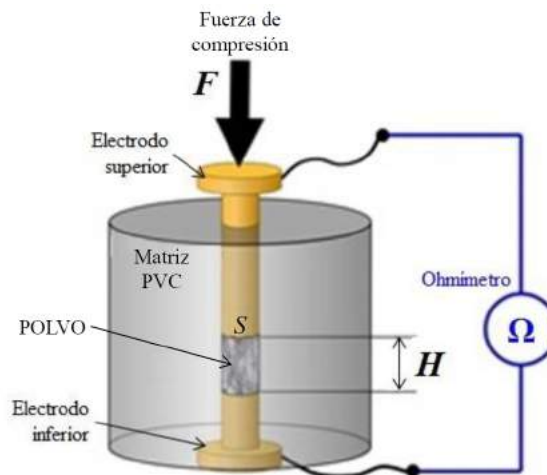
3. Determinación de la porosidad ( $\Theta$ ) mediante la siguiente expresión:

$$\Theta = 1 - \frac{\rho_r}{100}$$

### 3.3.5 Curva resistividad-porosidad

La curva resistividad-porosidad tiene una gran importancia durante la sinterización por resistencia eléctrica debido a que la resistividad eléctrica del polvo varía durante la etapa de compactación. Por este motivo, la curva de resistividad-porosidad permitirá determinar el comportamiento del material durante la sinterización.

Para la determinación de dicha curva se han utilizado dos electrodos de cobre electrolítico y una matriz cilíndrica de PVC, con resistividad eléctrica cercana a  $10^{12} \Omega \cdot \text{m}$ , zunchada con abrazaderas de acero. En dicha matriz se introduce la masa de polvo y se aplica presión sobre el electrodo superior, variando así la porosidad de la masa de polvo. Realizando este proceso para distintas presiones y midiendo la resistividad se obtendrá la curva que representa la evolución de la resistividad eléctrica de los polvos frente a la porosidad. El montaje explicado con anterioridad se puede observar en la Figura 3.8.



**Figura 3.8** Esquema ilustrativo del montaje empleado para la obtención de la curva resistividad-porosidad.

En cuanto al procedimiento llevado a cabo, éste ha sido el siguiente: en la matriz comentada con anterioridad se ha vertido una masa de polvo determinada estando el electrodo inferior en el interior de ésta. A continuación, el conjunto es sometido a vibración durante un minuto, para que así el polvo alcance el estado de porosidad de golpeo. Posteriormente, se introduce el punzón superior en la matriz, midiendo tanto su posición como su resistividad eléctrica.

Después, el conjunto formado por la matriz y los dos punzones se sitúan entre los platos de una máquina de ensayos universal (Figura 3.9) de 10 kN (Shimadzu AG-IS), la cual posee una precisión de  $1 \mu\text{m}$  en el movimiento del plato.



**Figura 3.9** Máquina de ensayos universal Shimadzu AG-IS.

La fuerza que se aplica sobre el electrodo superior se va incrementando, realizándose así paradas para determinar la altura del compacto, que permitirá determinar la porosidad de éste, y la resistencia eléctrica del polvo, la cual se realizará mediante un puente Kelvin de rango de medida comprendido entre  $0.01 \mu\Omega$  y  $1000\Omega$ .

La determinación de la porosidad se realizará de la misma forma que la empleada para obtener la curva de compresibilidad. Dicha porosidad se obtendrá mediante la siguiente expresión:

$$\Theta = 1 - \frac{m}{\pi(D/2)^2 \cdot H \cdot \rho_0}$$

donde  $\rho_0$  es la densidad absoluta del polvo, H es la altura del compacto, la cual es obtenida según la posición del electrodo superior, D es el diámetro del compacto, que en este caso es de 8 mm ya que la matriz empleada para dicho procedimiento tiene esa medida y m es la masa de polvos empleada en el ensayo.

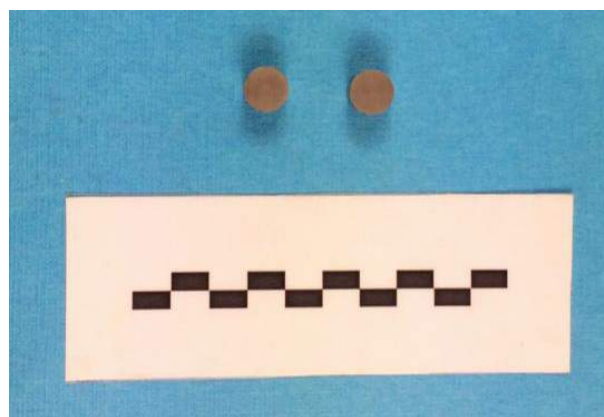
Con respecto a la conductividad ( $\sigma$ ), cuya inversa es la resistividad, se determinará mediante la siguiente expresión a partir de los valores de resistencia eléctrica medidas:

$$\sigma = \left( R \cdot \frac{S}{H} \right)^{-1}$$

donde R es la resistencia eléctrica medida del compacto, S es la sección transversal de éste y H es la altura del compacto.

### 3.4 Sinterizado de compactos cilíndricos

A continuación se mostrará el proceso llevado a cabo para la obtención de compactos cilíndricos mediante sinterización por resistencia eléctrica y mediante compactación convencional. Dichos compactos cilíndricos se obtendrán mediante la sinterización de 3 g de polvo de Ni T255 y una matriz de 12 mm de diámetro. En la Figura 3.10, se muestra una fotografía de las probetas cilíndricas obtenidas.



**Figura 3.10** Fotografía de las probetas cilíndricas obtenidas.

### 3.4.1 Sinterización por resistencia eléctrica

La sinterización eléctrica, como se comentó en el Apartado 2.1.4, emplea la energía térmica disipada por los polvos y debida al efecto Joule para realizar la sinterización de éstos. Dicha potencia disipada en forma de calor (P) viene dada por la siguiente expresión:

$$P = I^2 \cdot R$$

donde I es la intensidad de la corriente que atraviesa los polvos y R es la resistencia eléctrica de éstos. Dicha resistencia eléctrica R viene dada por la propia naturaleza resistiva del polvo y por la resistencia de contacto entre partículas.

La resistencia debida a la naturaleza del polvo es una propiedad intrínseca del material la cual no podrá modificarse. Mientras que la resistencia de contacto entre partículas, depende de la naturaleza y espesor de las capas de dieléctricos (óxidos y hidróxidos) que envuelven a las partículas de polvo, de manera que dicha resistencia si podría modificarse de forma convencional.

Además, en la sinterización eléctrica el calor producido por efecto Joule viene acompañada por la aplicación simultánea de presión, para garantizar así el contacto eléctrico y conseguir la densificación del polvo. De manera que las máquinas de soldadura poseen un sistema neumático para aplicar presiones de compactación, las cuales se encuentran coordinadas con la corriente eléctrica.

Debido a los requerimientos anteriormente descritos, una máquina de soldadura por puntos, la cual es capaz de aplicar una alta intensidad de corriente y una compresión simultáneamente, es adecuada para llevar a cabo la sinterización por resistencia eléctrica. En nuestro caso, se ha empleado una máquina de soldadura por puntos del fabricante SERRA Soldadura S.A. denominada Serra Beta 214 Código 77627 la cual se describe a continuación.

#### 3.4.1.1 Máquina de sinterización eléctrica

Para la sinterización del polvo de níquel se ha empleado una máquina de soldadura por puntos, representada en la Figura 3.11, del fabricante SERRA Soldadura S.A. denominada Serra Beta 214 Código 77627, cuyas características se describen a continuación.



**Figura 3.11** Máquina de soldadura por puntos Serra Beta 214 Código 77627.

### Características mecánicas

El sistema mecánico de la máquina de soldadura por puntos es el encargado de proporcionar la presión para garantizar el contacto eléctrico y la densificación de los polvos. Dicho sistema mecánico se encuentra formado por los siguientes elementos:

- Unidad de esfuerzo, la cual ejercerá la compresión mediante un actuador eléctrico y así conseguir que la soldadura sea adecuada. Además, el control del servomotor eléctrico que mueve el cabezal registra en todo momento el desplazamiento de éste.
- Unidad de desplazamiento de guía, que se encarga de que el desplazamiento de la pluma inferior como de la superior sea el adecuado.
- Conexión secundario, para la conexión eléctrica entre la parte móvil y la fija de la máquina.
- Elevador hidráulico telescópico, que permitirá el desplazamiento de la pluma inferior.

### Características eléctricas

Los elementos eléctricos que dispone el equipo son los siguientes:

- Transformador de soldadura. Para realizar la soldadura de un metal es necesario la utilización de intensidades de corriente muy elevadas bajo tensiones muy pequeñas, ya que la resistencia eléctrica del circuito secundario es muy baja. De manera que para ello, se emplea un transformador de potencia en el que su devanado primario se encuentra conectado a la red mediante un módulo de inversión; mientras que el devanado secundario, montado en un grupo rectificador para la obtención de corriente continua, consiste en una espira de gran sección por la cual pasarán corrientes de gran intensidad.

Este transformador de soldadura permite alcanzar una potencia de 100 kVA al 50 %, una intensidad máxima secundaria de 21 kA y una tensión secundaria de 8.8 V en punto nº 1 y 11 V en punto nº 2, en vacío.

- Plancha de montaje eléctrico. En ella se monta el conjunto de material eléctrico y se encuentra en el interior de la máquina
- Control electrónico.
- Unidad de potencia.

### Sensores

Para la determinación de la fuerza, intensidad, tensión, desplazamiento y temperatura de agua de refrigeración en todo momento, se necesitan los siguientes sensores:

- Intensidad

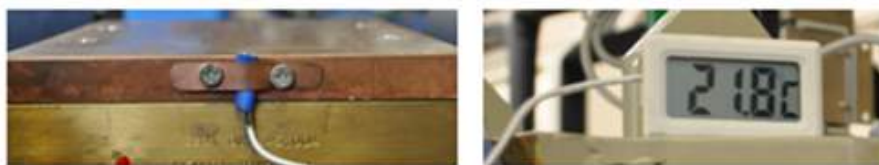
Para la determinación de la intensidad suministrada por el transformador, la máquina se encuentra equipada con un sensor que permite conocer su valor eficaz en cada semiperiodo. Estas mediciones se realizan a la salida de transformador, pero como la resistencia del compacto varía durante la sinterización, el valor de intensidad corresponderá al que el transformador trata que pase por la muestra, de manera que no será la intensidad de corriente que en realidad atraviesa al compacto.

- Tensión

Además de la intensidad de corriente, existe también un sensor para determinar la tensión eficaz suministrada por el transformador en cada semiperiodo. Se debe tener en cuenta que este sensor mide una tensión de 0.2 V aunque la intensidad de corriente sea nula, de modo que dicho offset tendrá que ser corregido en el tratamiento de datos.

- Temperatura

La plancha inferior dispone de una sonda de temperatura (Figura 3.12), aislada adecuadamente para evitar corrientes parasitarias, y un termómetro para medir la temperatura inicial, la cual debe estar mantenida por el sistema de refrigeración.



**Figura 3.12** Sonda de temperatura y termómetro empleados para registrar la temperatura inicial mantenida por el sistema de refrigeración.

- Fuerza

Con la ayuda de una célula de carga y un amplificador de la casa Penko (modelo SGM430) se puede registrar la fuerza ejercida en todo momento. En la Figura 3.13 se muestra una imagen de dicho amplificador encargado de amplificar la señal registrada por la célula de carga.

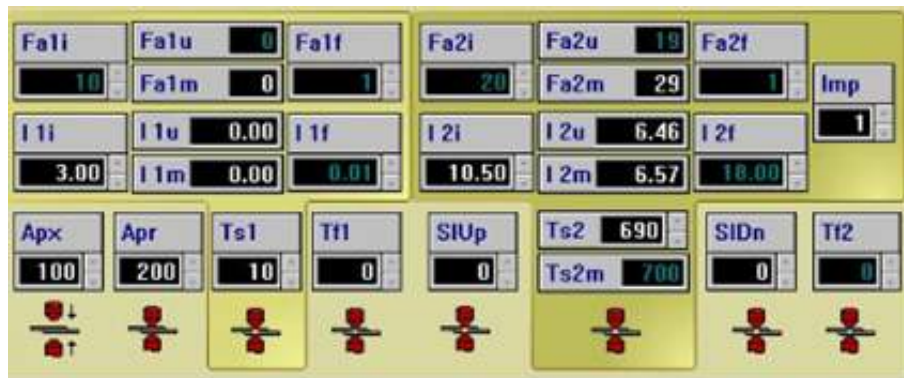


**Figura 3.13** Amplificador Penko modelo SGM430 empleado para amplificar la señal registrada por la célula de carga.

### Parámetros modificables

El ciclo de sinterización está compuesto por dos trenes de corriente, el primero consiste en un pre-calentamiento, mientras que el segundo corresponde al calentamiento. Ambos trenes se encuentran representados en la Figura 3.14, la cual muestra una captura de la interfaz del software con algunos

parámetros modificables para la realización de la sinterización.



**Figura 3.14** Captura de la interfaz del software con algunos parámetros modificables para la realización del precalentamiento (Izquierda) y el calentamiento (Derecha).

El precalentamiento se realiza para reducir la resistencia de los polvos antes de la sinterización. Para ello, emplea un pulso de corriente corto pero con un gran ángulo de disparo del tiristor. Además, mediante este precalentamiento se consigue que la etapa de calentamiento se encuentre menos tiempo en régimen transitorio.

Por otro lado, el calentamiento, es aquella etapa en la que se produce la sinterización de la masa de polvos, de manera que será el momento en el que se alcancen mayores temperaturas.

En la Figura 3.14, se muestran dos parámetros de intensidad (I1i y I2i), los cuales representan la intensidad de corriente a la que se desea realizar la sinterización de la masa de polvos durante el precalentamiento y calentamiento, respectivamente. Estas intensidades únicamente podrán ser modificadas cuando la opción Corriente constante esté seleccionada. Se debe tener en cuenta que la resistencia eléctrica de los polvos al variar en los primeros instantes de tiempo, se tendrán que emplear los primeros ciclos de sinterización en una regulación para poder suministrar la intensidad establecida.

Por otro lado, se encuentran los tiempos Ts1 y Ts2, los cuales se expresan en milisegundos. Dichos tiempos representan el valor del tiempo de precalentamiento y el de la etapa de calentamiento, respectivamente. De manera que Ts1 representa el tiempo en el que se realiza la compactación sin aplicar la intensidad de corriente de sinterización establecida y el tiempo Ts2, el tiempo de compactación y aplicación simultánea de la intensidad de corriente de sinterización. Hay que tener en cuenta que estos tiempos tienen una gran importancia, ya que su valor influye en la densificación del compacto. El tiempo total de cada experiencia viene determinado por el parámetro Ts2m, el cual se obtiene como la suma de los tiempos Ts1 y Ts2.

$$Ts2m = Ts1 + Ts2$$

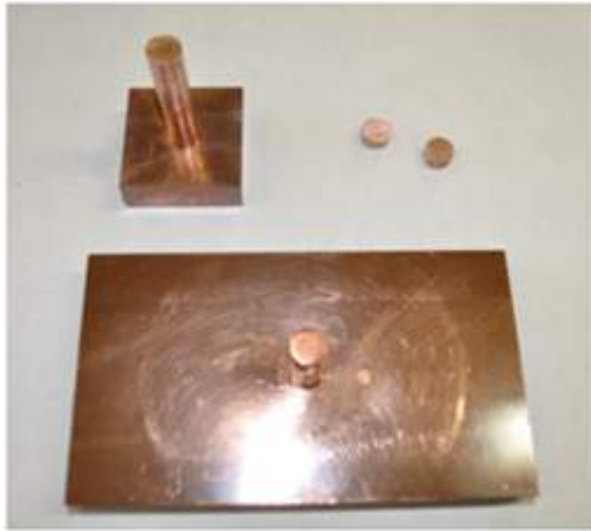
Además de estos parámetros, existen otros como Fa1i y Fa2i los cuales permiten modificar el ángulo de incidencia de la corriente respecto a la vertical del electrodo.

### 3.4.1.2 Matrices y punzones

Para la obtención de probetas cilíndricas de 12 mm de diámetro aproximadamente se han empleado los punzones de aleación de cobre resistente a la temperatura (98.9% Cu - 1% Cr - 0.1% Zr)



representados en la Figura 3.15. Además, para evitar el contacto directo entre los punzones y la masa de polvos, lo cual puede producir la soldadura de estos últimos a los punzones, se han empleado obleas de una aleación de 75.3 % W - 24.6 % Cu, la cual es resistente a la electroerosión.



**Figura 3.15** Punzones de aleación de cobre resistente a la temperatura (98.9 % Cu - 1 % Cr - 0.1 % Zr) empleados en la sinterización por resistencia eléctrica.

En cuanto a la matriz empleada, ésta debe cumplir los siguientes requisitos:

- Aislante eléctrico. La matriz empleada no debe conducir la corriente eléctrica, debido a que esto supondría que toda la corriente eléctrica suministrada por la máquina no pasaría por la masa de polvos.
- Resistencia mecánica. Debe ser capaz de resistir tanto presiones a altas temperaturas, como la presión a la que se someterá a la masa de polvo.
- Resistencia térmica. Debido a que las temperaturas alcanzadas en la masa de polvo son muy elevadas por el efecto Joule, el cual se produce en periodos de tiempo muy cortos, la matriz debe ser resistente al impacto térmico.
- Rugosidad superficial. La rugosidad superficial de la matriz debe ser baja para que el acabado superficial de la probeta sea el adecuado y la extracción de ésta no presente mucha complejidad.

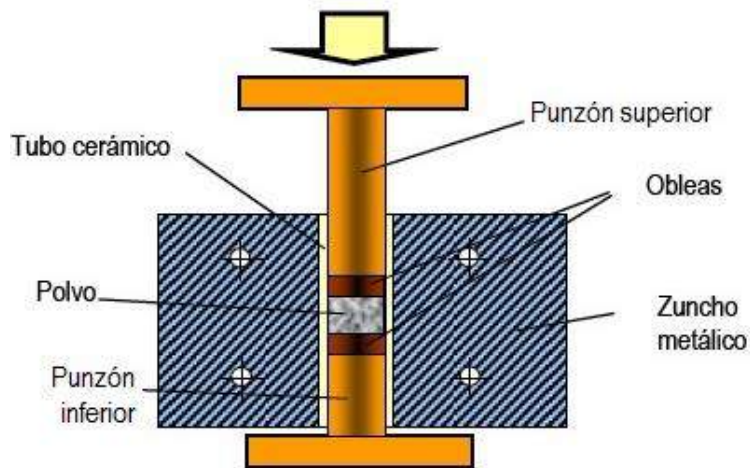
Teniendo en cuenta todos estos factores la matriz empleada es la matriz cerámica-metálica representada en la Figura 3.16. Dicha matriz está formada por un tubo cerámico (recubierto en una lámina de hojalata) de baja rugosidad superficial, diámetro interno 12 mm y diámetro externo 17 mm, el cual se ha ajustado en el interior de un zuncho de acero que se encargará de soportar las presiones.





**Figura 3.16** Matriz cerámica-metálica empleada para la sinterización por resistencia eléctrica.

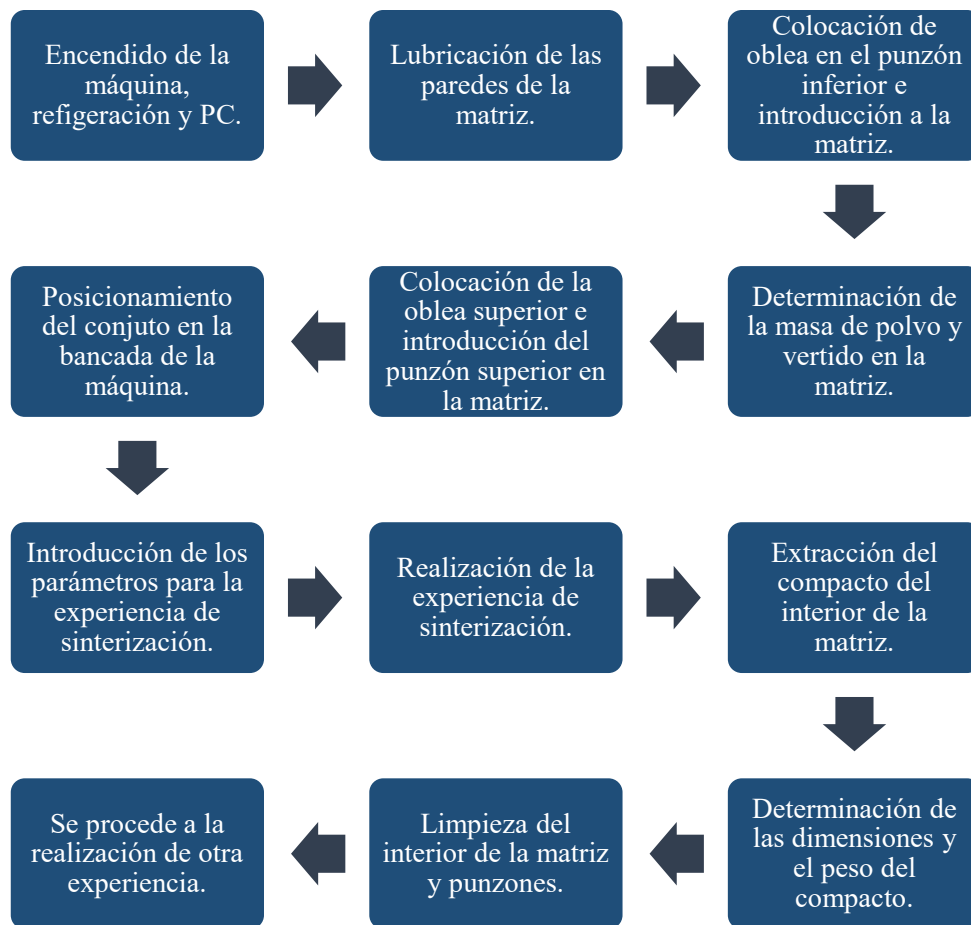
En la Figura 3.17 se muestra un esquema ilustrativo de la disposición de la matriz, punzones y masa de polvo durante la sinterización por resistencia eléctrica.



**Figura 3.17** Esquema ilustrativo de la disposición de la matriz, punzones y masa de polvo durante la sinterización por resistencia eléctrica.

#### 3.4.1.3 Proceso de sinterización

El proceso llevado a cabo para la sinterización por resistencia eléctrica es el mostrado en la Figura 3.18.



**Figura 3.18** Diagrama de flujo del proceso llevado a cabo durante la sinterización por resistencia eléctrica.

### Puesta en marcha de la máquina

Para la puesta en marcha de la máquina de soldadura se encenderá el equipo eléctrico, se conectará el sistema de refrigeración y se establecerá la comunicación con el ordenador.

Dependiendo del material a sinterizar se tendrá que seleccionar un número de programa u otro. En el caso del níquel (Ni T255) el programa empleado para la realización de las distintas experiencias de sinterización es el 4.

### Preparación de la matriz con el polvo a sinterizar

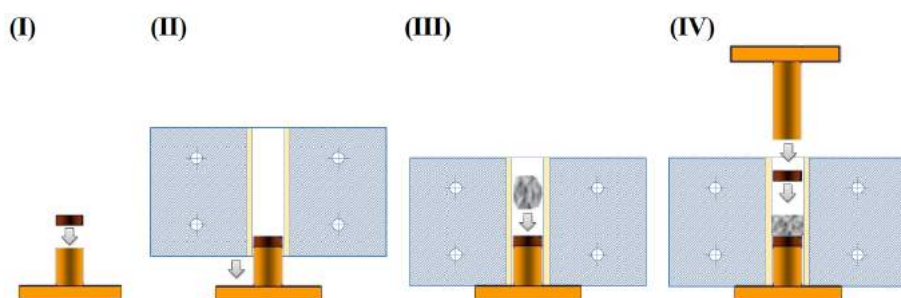
Una vez se haya realizado la puesta en marcha de la máquina, será necesaria la preparación de la matriz, en la cual habrá que introducir la masa de polvo a sinterizar junto a las obleas y punzones. En primer lugar, se deben limpiar exhaustivamente las obleas y los punzones, ya que si existe algún resto de alguna experiencia anterior puede afectar al proceso de sinterización. Dicha limpieza se realizará con acetona debido a su rápida volatilidad.

Una vez se hayan limpiado las obleas y los punzones, se preparará la matriz. Para ello, el primer paso será la limpieza del tubo de cerámica que se encuentra en el interior del zuncho de acero.

Dicha operación se realiza con el empleo de acetona para eliminar restos de grafito como de polvo que haya podido quedar de experiencias anteriores. Después, se lubricará las paredes de la matriz mediante una suspensión en acetona de grafito en polvo, siendo la proporción de 2 g de grafito por cada 25 ml de acetona. Una vez preparada dicha suspensión, se vertirá ésta en el interior del tubo cerámico tapando uno de los extremos hasta que la matriz se encuentre rellena completamente. A continuación, se destapa el extremo para que la suspensión salga, esperando cierto tiempo para que la acetona se evapore completamente, de este modo se consigue una fina película de polvo de grafito en las paredes internas de la matriz, que facilitará la introducción y extracción de las obleas y del compacto final, además de aportar cierta protección a las paredes de la matriz.

A continuación, se preparará la masa de polvo a ser sinterizada. Esta masa, que en el caso del níquel Ni T255 es de 3 g, ha sido determinada a partir de la porosidad de golpeo y su resistencia eléctrica, ya que la altura de la columna de polvo tiene que ser tal que permita el paso de corriente eléctrica y además permita la posterior caracterización de los compactos obtenidos.

El siguiente paso será la introducción de los punzones, obleas y masa de polvo en el interior de la matriz. Para ello, se introduce el punzón inferior junto con una de las obleas en la matriz, vertiéndose posteriormente la masa de polvo en el interior de la matriz por el extremo superior de ésta. Después, la matriz se agita levemente para que la columna de polvo quede lo más plana posible. Por último, se introduce la segunda oblea y el punzón superior, presionando suavemente para que todos los elementos del sistema se encuentren en contacto. Este proceso se puede observar en la Figura 3.19.



**Figura 3.19** Secuencia de montaje de la matriz con los punzones, obleas y masa de polvo a sinterizar en su interior.

Finalmente, el montaje completo del juego de troqueles con la masa de polvo se sitúan en la bancada inferior de la máquina para la posterior sinterización del polvo, como se representa en la Figura 3.20.

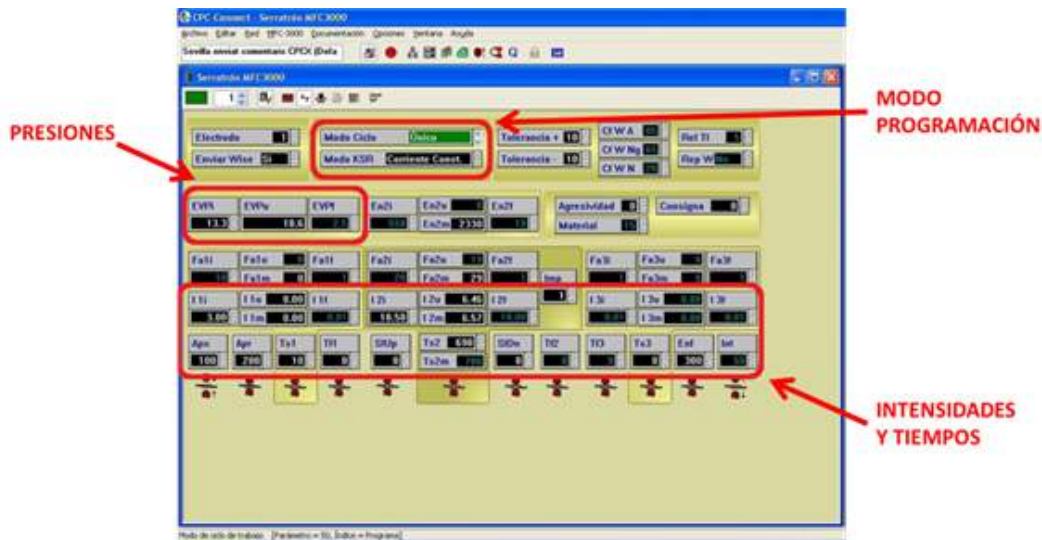


**Figura 3.20** Montaje completo del juego de troqueles con la masa de polvo se sitúan en la bancada inferior de la máquina para la posterior sinterización del polvo.

### Parámetros de las distintas experiencias de sinterización

Una vez se haya preparado el montaje de la matriz con el polvo a sinterizar en su interior, se tendrán que establecer los parámetros de las distintas experiencias a través de la aplicación informática CPC-Connect anteriormente descrita.

En dicha aplicación son numerosos los parámetros a introducir, pero los más relevantes son: el modo de programación, las presiones, los tiempos y las intensidades. Dichos parámetros se pueden ver en la Figura 3.21 la cual muestra una captura de la interfaz de la aplicación CPC-Connect.



**Figura 3.21** Interfaz de la aplicación CPC-Connect en la que se muestra la forma de introducción del modo de programación, intensidades, tiempos y presiones.

#### • Modo de programación

El conjunto de operaciones realizadas por el control para hacer una soldadura se conoce como ciclo de soldadura. La máquina es capaz de realizar tres ciclos distintos de soldadura:

- Ciclo único: aquel en el que por cada activación de Marcha, se realiza un único ciclo de soldadura.
- Ciclo repetido: mientras Marcha se mantiene activada, se pueden relizar sucesivas aperturas y cierres de electrodos.
- Ciclo a rodillos: se necesitan electrodos especiales para llevar a cabo esta técnica de soldadura.

En el presente proyecto la distintas experiencias de sinterización por resistencia eléctrica se han realizado mediante el ciclo único de soldadura.

#### • Intensidad

En el modo KSR existen a su vez dos modos para la regulación de la intensidad de la corriente eléctrica. Por un lado se encuentra el modo Corriente Continua, que permite determinar el valor de la intensidad de kiloamperios (kA); mientras que por el otro, se encuentra el modo Fase que permite establecer los grados eléctricos.

Las distintas experiencias de sinterización se han realizado mediante la introducción del valor de la intensidad en kiloamperios (kA). Por lo que, activado el Modo KSR y a su vez el Modo Corriente Continua, en la casilla <I2i> se introduce el valor de la intensidad en kiloamperios que se desea que se lleve a cabo la sinterización.

### • Tiempos

Los tiempos a introducir en la aplicación son siempre en milisegundos. Entre éstos, existe un tiempo <SIUp> que es aquel para el cual se regula la intensidad antes de la sinterización para que no exista un pico en la intensidad de corriente eléctrica. Dicho pico suele producirse ya que la resistencia inicial de los polvos es muy elevada de modo que, al no estar muy controlada la regulación de la intensidad al inicio, se produce un pico en ésta al disminuir la resistencia de los polvos. Este parámetro <SIUp> permitirá por tanto evitar, dentro de lo posible debido a la arbitrariedad de la situación inicial, el pico en el valor de la intensidad.

El valor del parámetro <SIUp> es tomado del tiempo <Ts2>, siendo éste el tiempo de calentamiento. El tiempo total de la experiencia <Ts2m>, como se comentó anteriormente, viene definido por la siguiente expresión:

$$Ts2m = Ts1 + Ts2$$

donde <Ts1> es el tiempo de precalentamiento, que en el presente proyecto se ha fijado en 0 ms. En cuanto al tiempo de calentamiento <Ts2> dependerá de la experiencia de sinterización realizada.

### • Presión

Con respecto a la presión de compactación, se debe introducir en la casilla <EVPi> el valor en kN de la fuerza con la que se quiere realizar ésta durante los periodos de Aproximación, Soldadura y Enfriamiento.

En el presente proyecto la presión de compactación empleada es de 100 MPa, para la cual se debe aplicar una carga de 11.31 kN ya que la sección transversal de la matriz es circular con un diámetro de 12 mm.

### • Parámetros empleados

En el presente proyecto las intensidades empleadas para la sinterización (I2i), así como los tiempos de calentamiento empleados (ts2) son los mostrados en la Tabla 3.2, para los cuales se han realizado dos compactos por combinación.

**Tabla 3.2** Parámetros empleados para las distintas experiencias de sinterización por resistencia eléctrica.

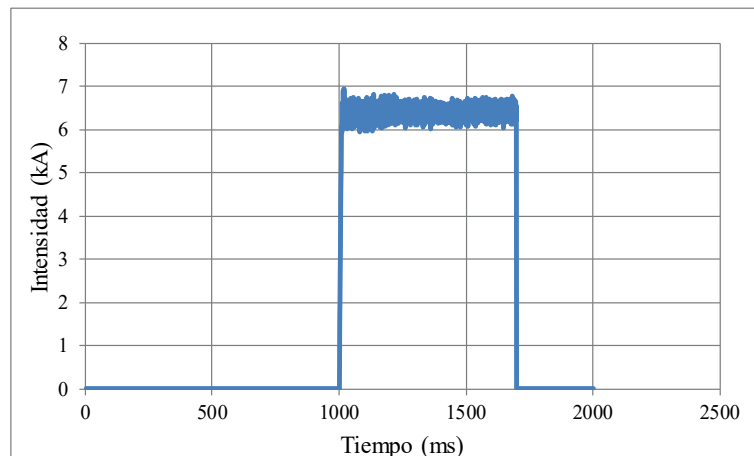
	Tiempo de calentamiento (ts2) [ms]		
	400	700	1000
Intensidad (I2i) [kA]	6		
	8		
	10		

Se debe tener en cuenta que el compacto obtenido con las condiciones de sinterización por resistencia eléctrica de  $ts2 = 1000$  ms y  $I2i = 10$  kA fue desechado ya que quedó soldado a las obleas.



La resistencia de la masa de polvos antes de la sinterización tiene un valor muy elevado, reduciéndose éste considerablemente cuando la corriente comienza a circular ya que la porosidad disminuye y comienzan a formarse puentes entre las partículas. Esto produce que la diferencia de potencial y la intensidad varíen, apareciendo un pico en ellas al comienzo, que es el momento de mayor variación de la resistencia de la masa de polvos.

La experiencia será válida cuando la energía aportada durante el pico de intensidad al comienzo de la experiencia no sea significativa frente al total, ya que dicha energía puede afectar a las propiedades del compacto. En la Figura 3.23 se muestra la variación de la intensidad frente al tiempo durante una de las experiencias válidas.



**Figura 3.23** Intensidad eficaz frente al tiempo durante la experiencia Ni 255 6-700.

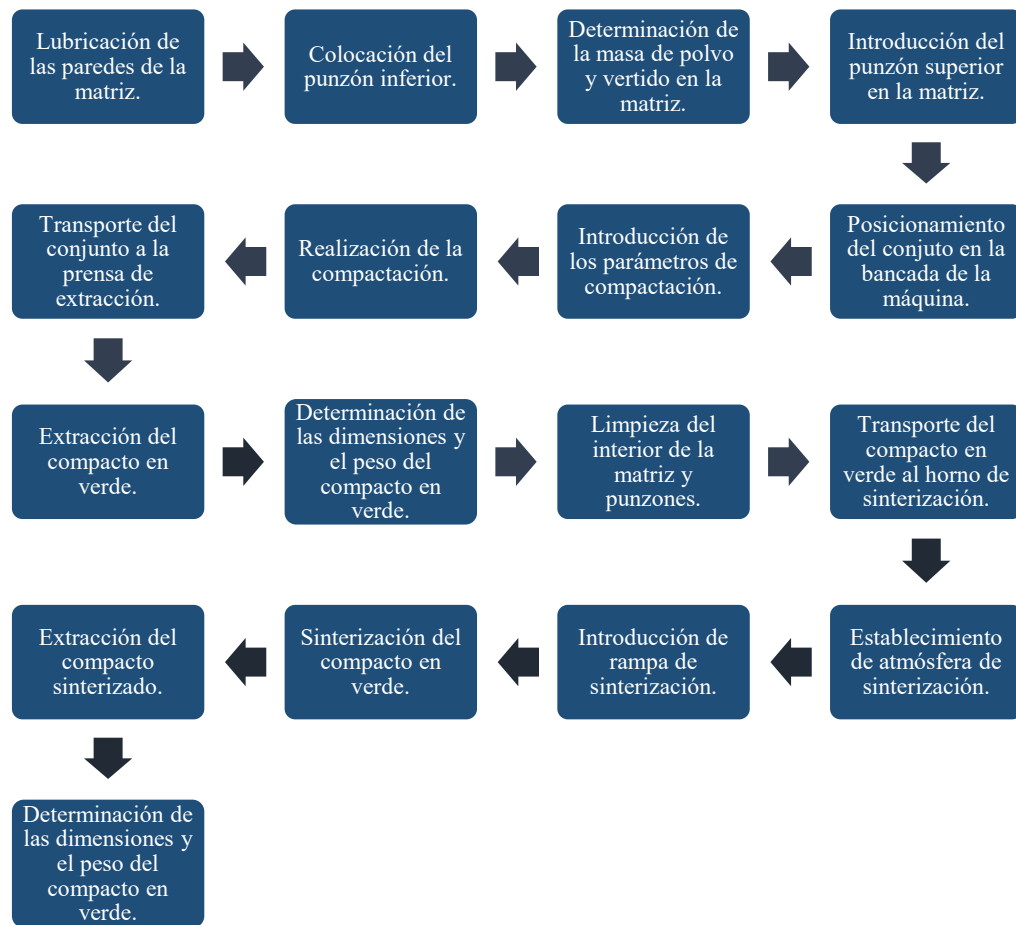
### 3.4.2 Sinterización mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica

La ruta convencional pulvimetalúrgica está formada por la compactación en frío de la masa de polvos obteniéndose un compacto en verde y la posterior sinterización de éste mediante un horno.

#### 3.4.2.1 Compactación en frío

El proceso llevado a cabo para la realización de la compactación es el representado en la Figura 3.24, que se detallará a continuación.

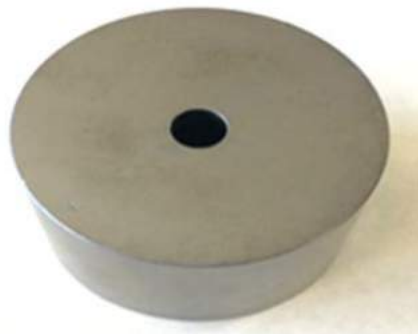




**Figura 3.24** Diagrama de flujo del proceso llevado a cabo en la ruta convencional pulvimetalúrgica.

#### Preparación de la matriz con el polvo a sinterizar

En primer lugar se realizará el montaje del juego de troqueles con la masa de polvo a compactar en su interior. Para ello, se ha empleado la matriz de acero 12419 bonificado de 12 mm de diámetro interno mostrada en la Figura 3.25. Dicha matriz será previamente limpiada con la utilización de acetona para eliminar posibles restos de polvo de compactaciones anteriores y suciedad que puedan tener las paredes interiores.



**Figura 3.25** Matriz de acero 12419 bonificado de 12 mm de diámetro interno empleada para la compactación en frío de los polvos.

Después de limpiar las paredes internas de la matriz, así como los punzones (Figura 3.26). Se deberán de lubricar las paredes internas de la matriz para no dañarlas, como para facilitar la introducción y extracción tanto de los punzones como del compacto en verde. Dicha operación de lubricación se realizará mediante una suspensión formada por 1 g de cera orgánica y 10 ml de acetona. Para lubricar las paredes internas de la matriz se vierte la suspensión en el interior de ésta mientras se tapa uno de los extremos de la matriz. A continuación, se vacía la matriz y se espera el tiempo necesario para la evaporación de la acetona. De esta forma, queda depositada en la pared interna de la matriz una fina capa de cera.



**Figura 3.26** Juego de punzones de la matriz cilíndrica empleados para la compactación en frío de los polvos.

Una vez la matriz ha sido lubricada, se pesa una masa de 3 g de polvo de níquel Ni T255, que será posteriormente compactada. Se introduce el punzón inferior en la matriz, se vierte la masa de polvo para finalmente, situar el resto de punzones en el interior de la matriz, siendo transportado el conjunto hasta la máquina de compresión uniaxial situándola entre sus platos.

### Compactación de la masa de polvos

En el presente proyecto, la compactación de la masa de polvos se ha realizado mediante un prensado uniaxial en la máquina universal de ensayos SUZPECAR MUE-60, la cual se muestra en la Figura 3.27. Dicha máquina dispone de una aplicación específica para la selección de distintos parámetros como la carga de compactación (kN), la velocidad de aplicación de la carga (N/s) y el tiempo de mantenimiento de carga.



**Figura 3.27** Máquina universal de ensayos SUZPECAR MUE-60 empleada para la compresión en frío.

Una vez situado el juego de troqueles con la masa de polvo en su interior en los platos de la máquina de compactación uniaxial, se introducen los parámetros en la aplicación de las distintas experiencias a realizar. Los parámetros empleados para la obtención de 6 compactos cilíndricos en verde de 12 mm de diámetro se muestran en la Tabla 3.3, donde la presión de compactación (1200 MPa) ha sido determinada a partir de la curva de compresibilidad de los polvos.

**Tabla 3.3** Parámetros empleados para la obtención de los compactos cilíndricos en verde de 12 mm de diámetro.

Presión [Mpa]	Carga [kN]	Velocidad de carga [N/s]	Tiempo mantenimiento de carga [min]
1200	135.58	588	2

Una vez finalizada la compactación, se trasladará la matriz con la masa de polvo ya compactada a una prensa de control manual para facilitar la extracción.

#### Extracción del compacto en verde

Para la extracción del compacto en verde se ha empleado la máquina universal de ensayos MALICET ET BLIN U-30 (Figura 3.28). Dicha máquina, accionada mediante control manual, permitirá la extracción del compacto a una velocidad suficientemente lenta como para no dañar a éste.

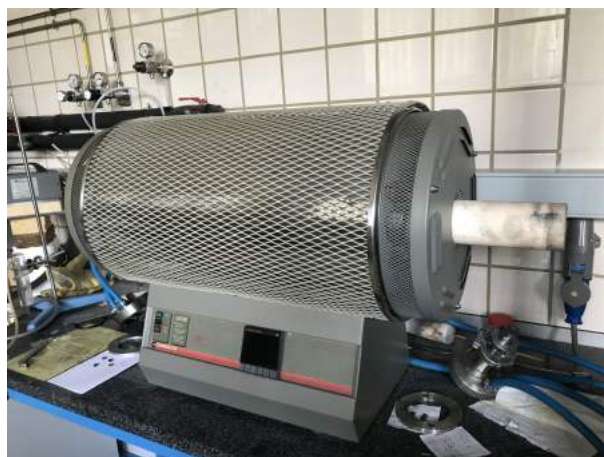


**Figura 3.28** Máquina universal de ensayos MALICET ET BLIN U-30 para la extracción del compacto en verde.

Una vez el compacto en verde ha sido extraído, se vuelve a limpiar las paredes internas de la matriz como los punzones con acetona para la realización de otra experiencia.

#### **3.4.2.2 Sinterización**

Una vez extraídas las 6 probetas cilíndricas de la matriz se procederá al sinterizado de éstas. Para ello, de dichas 6 probetas, 3 se han sinterizado en una atmósfera de argón y las otras 3 en vacío. El horno utilizado ha sido un horno de tubo longitudinal de la marca Carbolite (Figura 3.29).

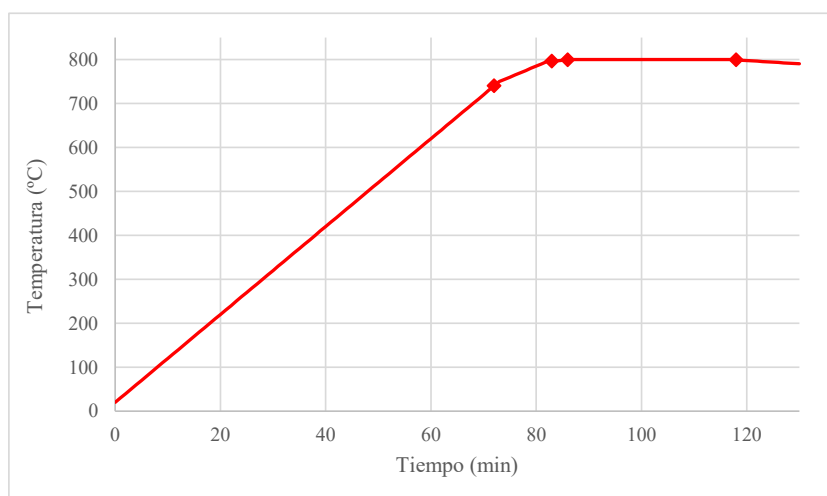


**Figura 3.29** Horno de tubo longitudinal Carbolite empleado para realizar la sinterización de los compactos en verde.

Independientemente de la atmósfera en la que se haya sinterizado los distintos compactos, se ha empleado la misma rampa de temperatura hasta alcanzar los  $800^{\circ}\text{C}$ , que se mantendrá durante 30 min, para llevar a cabo dicha sinterización. La correspondiente rampa de temperatura queda reflejada en la Tabla 3.4 con sus correspondientes gradientes en las distintas etapas, mientras que la variación de la temperatura frente al tiempo se representa en la Figura 3.30.

**Tabla 3.4** Etapas del ciclo de sinterización.

	<b>Etapas 1</b>	<b>Etapas 2</b>	<b>Etapas 3</b>
<b>Temperatura inicial [<math>^{\circ}\text{C}</math>]</b>	<b>20</b>	<b>750</b>	<b>795</b>
<b>Temperatura final [<math>^{\circ}\text{C}</math>]</b>	<b>750</b>	<b>795</b>	<b>800</b>
<b>Gradiente [<math>^{\circ}\text{C}/\text{min}</math>]</b>	<b>10</b>	<b>5</b>	<b>1</b>
<b>Duración [min]</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>30</b>



**Figura 3.30** Temperatura durante el ciclo de sinterización a lo largo del tiempo.

Como se puede observar, el gradiente de temperatura se va reduciendo a medida que ésta se aproxima a la temperatura de sinterización ( $800^{\circ}\text{C}$ ) para evitar la inercia térmica, ya que si se mantiene un gradiente demasiado elevado de temperatura el valor de la temperatura de sinterización podría fluctuar y se afectaría a la exactitud de dicho valor.

Una vez situadas las muestras en el portamuestras de acero inoxidable se establece la atmósfera de sinterización, que podrá ser argón o vacío.

El equipo para asegurar el vacío durante la sinterización es una bomba rotativa TELSTAR 2G6 de  $6\text{ m}^3\text{h}$  (Figura 3.31), la cual se conecta al horno. Este sistema de vacío está formado por dos equipos que operan en paralelo, uno de alto vacío (bomba difusora) y otro de bajo vacío (bomba rotativa). El equipo de bajo vacío consiste en una bomba rotativa compuesta de una válvula de tres vías. El modo de funcionamiento de ésta es conseguir un vacío previo para a continuación, emplear el equipo de alto vacío. Para alcanzar dichas condiciones el equipo de bajo vacío debe de obtenerse una presión de 0.5 mbar en la cámara principal, la cual es medida mediante un controlador de presión TELSTAR 937. Una vez se haya alcanzado dicha presión en la cámara principal, se calentará el aceite en el equipo de alto vacío hasta evaporarse. Cuando el aceite se haya evaporado, el sistema de refrigeración externa se activa para producir la condensación del mismo. Este ciclo se prolonga durante cierto periodo de tiempo hasta alcanzar finalmente las condiciones de vacío (5 Pa) en el horno cerámico.



**Figura 3.31** Bomba rotativa TELSTAR 2G6 de  $6\text{ m}^3\text{h}$  para asegurar el vacío durante la sinterización.

La sinterización del resto de probetas cilíndricas se ha realizado en el mismo horno cerámico, con la misma rampa de temperatura descrita anteriormente, pero en una atmósfera de argón a una presión absoluta de 1.2 bar. Para establecer dicha atmósfera, se tendrá que realizar un vaciado previo a la inyección de argón. Una vez se ha conseguido el vacío, se inyectará argón a una presión

manométrica de 0.2 bar y volverá a realizarse el vaciado de la cámara para eliminar la mezcla de argón y aire que pueda quedar en ella. Finalmente, se vuelve a inyectar argón a una presión manométrica de 0.2 bar para así comenzar la sinterización.

### 3.5 Caracterización de los compactos

Los compactos obtenidos tanto mediante la sinterización por resistencia eléctrica como por la ruta convencional pulvimetalúrgica, han sido caracterizados mediante distintas técnicas.

En primer lugar se ha calculado la densidad dimensional, que permitirá conocer la porosidad de los distintos compactos para, posteriormente, ser relacionada con la resistividad y las curvas de histéresis.

Por otra parte se ha realizado un estudio metalográfico en el que se presentarán las distintas macrografías y micrografías de la sección diametral de los compactos cilíndricos.

Finalmente, se ha llevado a cabo ensayos de microdureza Vickers, cuyos resultados se relacionarán con la porosidad de los distintos compactos para obtener una serie de conclusiones de éste.

#### 3.5.1 Densidad y porosidad dimensional

Una vez obtenidas las distintas probetas cilíndricas mediante las distintas técnicas de fabricación, se eliminarán las posibles rebabas que presenten, mediante un papel de lija, por abrasión en seco.

A continuación se determinará la masa y dimensiones de los compactos para determinar su densidad y posteriormente su porosidad. La medición de la masa se ha realizado mediante una balanza Denver SI-2002 que tiene una apreciación de centésima de gramo, mientras que para las dimensiones se ha empleado un pie de rey digital Mahr con apreciación de centésimas de milímetro. Para la determinación del volumen de las distintas probetas cilíndricas se han realizado 8 medidas de la altura y del diámetro, para así calcular el valor medio de todos ellos.

Mediante estas medidas se puede obtener la densidad dimensional ( $\rho$ ) y a partir de ésta y el valor de la densidad absoluta ( $\rho_0$ ) se obtendrá la porosidad ( $\Theta$ ) y la energía específica en la sinterización por resistencia eléctrica, cuyo valor dependerá de la intensidad y el tiempo de paso de corriente eléctrica.

Además, al existir dos compactos iguales (a,b) fabricados mediante sinterización eléctrica con la misma combinación de presión - tiempo - intensidad; y tres compactos iguales (a,b,c) obtenidos mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica con la misma atmósfera de sinterización, el valor de la porosidad ( $\Theta$ ) se obtendrá mediante el valor medio de éstas.

#### 3.5.2 Medida de la resistencia eléctrica y obtención de la resistividad

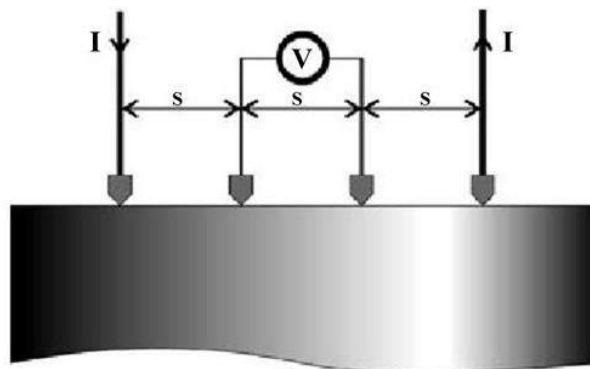
La resistividad eléctrica ( $\rho$ ), calculada para todas las probetas cilíndricas, ha sido obtenida a partir del valor de resistencia eléctrica (R) medido mediante un micro-ohmiómetro del fabricante Chauvin Amoux y modelo CA-6240 (Figura 3.32), que permitirá medir valor de resistencia del orden de los micro-ohmios ( $\mu\Omega$ ).





**Figura 3.32** Micro-ohmiómetro del fabricante Chauvin Amoux y modelo CA-6240 empleado para la medición de la resistencia eléctrica de cada uno de los compactos.

El funcionamiento de este equipo está basado en un puente de Kelvin, que permite la medición del valor de resistencia eléctrica mediante el método de los cuatro puntos (Figura 3.33). El fundamento de dicho método se basa en hacer circular a través de la muestra (resistencia  $R$  a determinar) por los dos puntos extremos una corriente continua de intensidad  $I$ , de modo que el equipo medirá la caída de tensión  $V$  producida entre los dos puntos interiores determinando el valor de la resistencia eléctrica al aplicar la relación  $R = V/I$ .



**Figura 3.33** Esquema ilustrativo del los cuatros puntos del puente de Kelvin.

A partir de estos valores de resistencia eléctrica se puede determinar la resistividad ( $\rho$ ) al conocerse la distancia  $S$  entre electrodos, la cual es de 2 mm, mediante la siguiente expresión:

$$\rho = 2\pi \cdot S \cdot R$$

Se debe tener en cuenta que para cada compacto se han realizado cuatro medidas en la base cilíndrica de la resistencia eléctrica, pero si se tiene en cuenta la polaridad de las medidas  $R_i(+)$  y  $R_i(-)$  entonces se han realizado ocho medidas. El valor de la resistencia eléctrica  $R_i$  para cada una de las cuatro medidas se obtiene como:

$$R_i = \frac{R_i(+) + R_i(-)}{2}$$

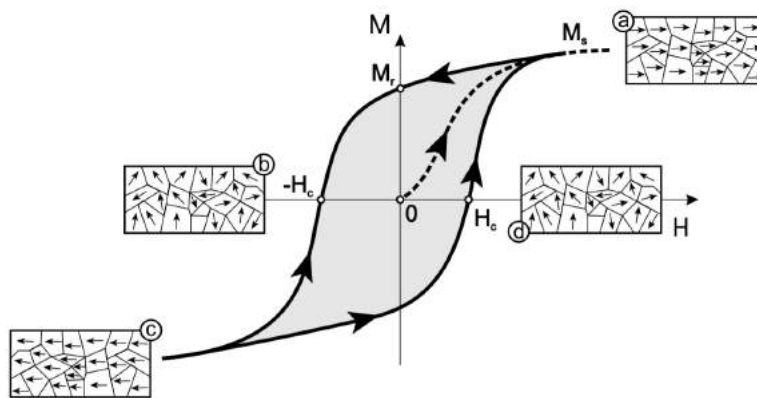


Para cada valor de resistencia eléctrica  $R_i$  se obtiene la resistividad  $\rho_i$ , de manera que el valor de la resistividad eléctrica  $\rho$  será la media de estos cuatro valores.

Finalmente, al igual que sucede con la porosidad dimensional, al existir series de compactos, (a, b) para la sinterización por resistencia eléctrica y (a, b, c) para la ruta convencional pulvimetalúrgica, los valores de las resistividades eléctricas se han obtenido mediante el valor medio.

### 3.5.3 Curvas de histéresis

La curva de histéresis (Figura 3.34) es un fenómeno que presentan los materiales ferromagnéticos durante su magnetización y desmagnetización, y que permite determinar si el material es duro o blando magnéticamente según su coercitividad, es decir, la intensidad de campo magnético a aplicar para desmagnetizar el material una vez haya alcanzado el estado de saturación [50].



**Figura 3.34** Curva de histéresis en la que se muestra la magnetización (M) del material ferromagnético frente al campo magnético externo (H).

En el caso del níquel, material a estudiar en este proyecto, que es considerado magnéticamente blando interesa que presente una coercitividad lo más pequeña posible ya que así se reduce el área de la curva de histéresis, la cual representa la pérdida de energía debida a la histéresis magnética. Dichas pérdidas son debidas a la energía disipada para mover las paredes del dominio durante la imanación y desimanación del material.

Una de las aplicaciones por las que se estudia dicho material es para la fabricación de núcleos magnéticos en transformadores. En dichos núcleos la corriente eléctrica recorre el ciclo de histéresis 50 veces por segundo ( $f=50$  Hz), y en cada ciclo hay una determinada pérdida de energía debida al movimiento de las paredes de dominio del material magnético del núcleo del transformador. Por este motivo, interesa que el material sea blando magnéticamente [51].

Para la magnetización y desmagnetización de las distintas muestras se ha empleado el equipo de la empresa Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH mostrado en la Figura 3.35, que dispone de un software que permite la obtención de los resultados obtenidos.



**Figura 3.35** Equipo de magnetización Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH empleado para la obtención de las curvas de histéresis de las distintas muestras.

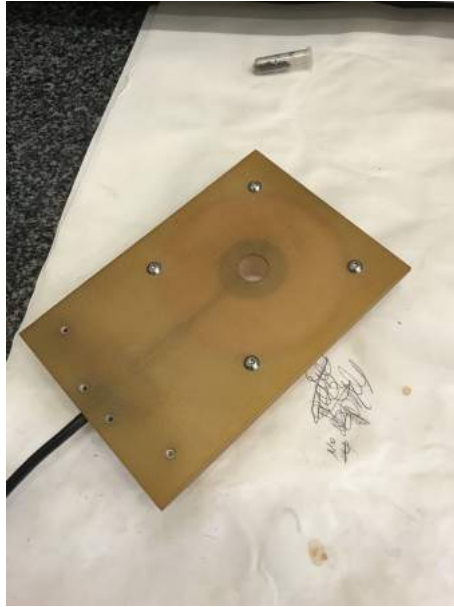
La magnetización y desmagnetización se ha realizado en todas las muestras obtenidas mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica y en solo una de las muestras fabricadas por sinterización por resistencia eléctrica. Para la magnetización y desmagnetización se establecerán las condiciones recogidas en la Tabla 3.5. De manera que, primero se utilizarán las *condiciones níquel* para la magnetización y desmagnetización de todas las muestras especificadas con anterioridad, y después, se realizará el mismo proceso con las *condiciones modificadas*.

**Tabla 3.5** Condiciones empleadas durante los procesos de magnetización y desmagnetización de las distintas muestras.

	$dH/dt$ [%]	$+I_{\max}$ [%]	$-I_{\max}$ [%]	$H_{\max}$ [kA/m]	$J_{\max}$ [T]
<b>Condiciones níquel</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	<b>800</b>	<b>0.62</b>
<b>Condiciones modificadas</b>	<b>5</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	<b>800</b>	<b>0.62</b>

Antes de realizar el ensayo, se tendrá que introducir en la interfaz del software las dimensiones de los compactos cilíndricos (altura y diámetro), así como la densidad absoluta de éstos. A continuación, se establecerán las condiciones con las que se desea realizar la magnetización y la desmagnetización (Tabla 3.5).

Una vez introducidos los distintos parámetros y condiciones del ensayo, se tendrá que realizar el *drift* de la máquina para que los resultados no se vean afectados por mediciones anteriores. Para ello, se tendrá que retirar la pletina que dispone del bobinado (Figura 3.36) y se situará en un lugar alejado de interferencias magnéticas de otros equipos. Posteriormente, se introducirá la pletina entre los cabezales, se colocará la muestra y se podrá proceder a la realización de las medidas.



**Figura 3.36** Pletina dispuesta del bobinado que producirá la magnetización-desmagnetización de los compactos.

### 3.5.4 Estudio metalográfico

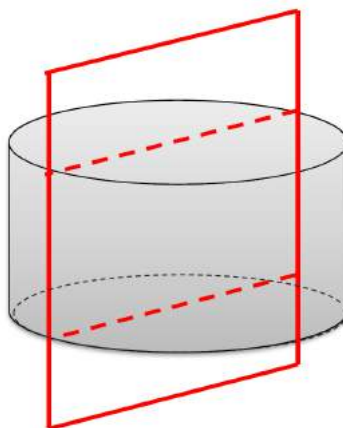
#### 3.5.4.1 Preparación metalográfica

Mediante la preparación metalográfica se trata de obtener una superficie plana especular, que posteriormente será estudiada a partir de las macrografías y micrografías obtenidas de la microscopía óptica.

El procedimiento llevado a cabo no conlleva gran complejidad y consiste en el corte diametral de las probetas cilíndricas, el empastillado de éstas, el desbaste y el pulido final.

#### Corte

Debido a la forma y el pequeño tamaño de las probetas obtenidas se ha decidido realizar un corte diametral, como el representado en la Figura 3.37, el cual facilitará además estudiar como ha afectado la sinterización a las propiedades de las distintas zonas de ésta.



**Figura 3.37** Esquema ilustrativo del corte diametral realizado a todos los compactos cilíndricos.

Para la realización de dicho corte se ha empleado la máquina de corte de precisión Strues modelo Secotom-10 con una velocidad de giro 300–5000rpm mostrada en la Figura 3.38, la cual está equipada con un disco de corte METKON 18-151 que posee partículas abrasivas de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y de 150 mm de diámetro.



**Figura 3.38** Máquina de corte de precisión Strues modelo Secotom-10 empleada para el corte diametral de los compactos.

La máquina de corte de precisión ha sido programada para realizar el corte de las probetas cilíndricas a una velocidad de giro de 2500rpm, una velocidad de avance de 0.025 mm/s y una longitud de corte de aproximadamente 17 mm (12 mm de diámetro y un margen de 5 mm). Una vez realizado el corte de todas las probetas, se han eliminado las posibles rebabas que presenten, mediante un papel de lija, por abrasión en seco.

### Empastillado

Tras el corte diametral de todos los compactos cilíndricos, se realizará el empastillado de una de las dos mitades. Este empastillado consiste en la embutición, mediante una prensa especial, de la muestra en un polímero sintético. La cantidad empleada de este polímero dependerá de la altura de la muestra deseada ya que el diámetro de ésta se encuentra fijado por el del cilindro de la prensa.

La prensa empleada para realizar el empastillado de las muestras es de la marca Struers modelo CitoPress-10, la cual se muestra en la Figura 3.39.



**Figura 3.39** Prensa empleada para realizar el empastillado de las muestras de la marca Struers modelo CitoPress-10.

El proceso llevado a cabo para el empastillado de las distintas muestras es el descrito a continuación. Primero se introduce la muestra lo más centrada posible en la base del émbolo cuando éste se encuentra en la posición superior. Después, se baja dicho émbolo y se vierte la cantidad deseada de resina en el interior del cilindro, cerrándose la parte superior de éste para comenzar así la operación de empastillado. Dicha operación de empastillado, que tiene una duración aproximada de 5 min, consiste en la aplicación simultánea de una presión de 30 MPa y un calentamiento a una temperatura de 150°C. Finalizado el empastillado, se abre de nuevo el extremo superior del cilindro pudiéndose extraer la muestra ya empastillada (Figura 3.40).



**Figura 3.40** Compacto cilíndrico empastillado.

### Desbastado

Una vez empastilladas las muestras, se eliminarán los bordes cortantes de resina de las probetas para facilitar la posterior manipulación de éstas durante el desbaste fino como el pulido. Para la

realización de dicho desbaste grueso se ha empleado la desbastadora de la Figura 3.41 que se encuentra equipada con una lija de número 60 que presenta carburo de silicio como abrasivo.



**Figura 3.41** Desbastadora equipada con una lija de número 60 que presenta carburo de silicio como abrasivo.

Tras el desbaste grueso se realizará un desbaste fino. Para ello, se han utilizado lijas 240, 600, 1000 y 2200, las cuales han sido montadas en la lijadora orbital Struers Knuth-Rotor-3 (Figura 3.42). Dicha lijadora utiliza un chorro de agua para refrigerar la muestra debido a la abrasión producida, y además, permite apartar los restos desprendidos de la muestra que pueden dañarla.



**Figura 3.42** Lijadora orbital Struers Knuth-Rotor-3 para el desbaste fino de las distintas muestras.

La forma de realizar dicho desbaste fino consiste en frotar la muestra en las lijas comentadas con anterioridad pasando de las de mayor tamaño de partículas abrasivas a la de menor. Para pasar de una lija a otra deben desaparecer todas las rayas obtenidas mediante la lija anterior, apareciendo por tanto rayas más finas que forman un ángulo de  $90^\circ$  preferentemente para facilitar así el control visual. Tras el paso de una lija a otra, la muestra se debe de limpiar con agua abundante para eliminar posibles restos que puedan quedar en la superficie.

### **Pulido**

En la operación de pulido se eliminarán las rayas finas, que se encuentran presentes en la superficie de la muestra producidas en el desbaste fino, obteniéndose así una superficie especular lista para el estudio mediante microscopía óptica.

Para la realización del pulido de las distintas muestras se ha empleado la pulidora Struers LaboPol-6 (Figura 3.43) equipada con un paño sobre el que se deposita una disolución de partículas

abrasivas de alúmina ( $0.4$  a  $1\ \mu\text{m}$ ) en agua. Además, debido a la existencia de un gran número de rayas superficiales en las muestras tras realizarse dicha operación de pulido varias veces y observarse las muestras en el microscopio óptico, se decidió realizar una segunda etapa de pulido manual en un paño humedecido con agua con óxido de magnesio en polvo (Magomet) como abrasivo. Realizándose dicha segunda operación de pulido con Magomet se eliminaron la mayoría de las rayas superficiales de las muestras quedando una superficie más especular.



**Figura 3.43** Pulidora Struers LaboPol-6.

Finalmente, al igual que en el desbaste fino, se eliminarán las posibles partículas de abrasivo que hayan podido quedar en la superficie de la muestra con agua abundante y alcohol etílico.

### Ataque químico

Una vez las muestras hayan sido pulidas, se realizará el ataque químico para poder visualizar así la microestructura. En el presente proyecto se realizó el ataque químico de todas las muestras obtenidas por sinterización por resistencia eléctrica y por la ruta convencional pulvimetalúrgica obteniéndose un efecto no deseado. El problema encontrado consistía en que las muestras obtenidas mediante sinterización por resistencia eléctrica, al presentar una gran porosidad no permitían la visualización de la microestructura, viéndose normalmente sobreatacadas ya que el reactivo quedaba en los poros de la muestra. Dicho problema se intentó solucionar mediante una limpieza mediante ultrasonidos, aunque los resultados no fueron los esperados de manera que se decidió no atacar las muestras fabricadas por sinterización por resistencia eléctrica. Sin embargo, las muestras fabricadas por la ruta convencional pulvimetalúrgica, al tener menor porosidad, no presentaron el mismo problema.

El reactivo para la realización del ataque químico se trata de amonio peroxodisulfato  $((\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8)$ . La forma de realizar dicho ataque consiste en la inmersión de la muestra en una disolución de  $10\text{ g}$  de  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  en  $90\text{ ml}$  de agua, durante aproximadamente  $90\text{ s}$  [52]. Para evitar que quede reactivo en los poros de la muestra, se ha realizado una limpieza mediante ultrasonidos tras el ataque químico.

#### 3.5.4.2 Macrográficas

Mediante el examen macrográfico se podrá realizar un estudio superficial de las distintas muestras determinándose así sus características macroscópicas.



Para la obtención de las macrografías de las distintas muestras, pulidas y atacadas químicamente, se ha utilizado la cámara digital Nikon D90 y un objetivo AF Micro Nikkir 60 mm (1/2.8).

### 3.5.4.3 Micrografías

El estudio micrográfico, llevado a cabo mediante la microscopía óptica, permite caracterizar la estructura del material aportando así información básica sobre éste.

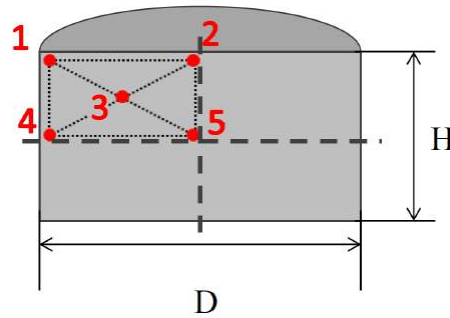
En el presente proyecto, se ha realizado el estudio micrográfico de todas las muestras antes del ataque químico y después del ataque químico, teniendo en cuenta que el ataque químico únicamente ha sido realizado a aquellas muestras fabricadas mediante la ruta convencional pulvimentalúrgica por el motivo explicado con anterioridad. Para dicho estudio micrográfico, se ha empleado el microscopio óptico Nikon Epiphot 200 mostrado en la Figura 3.44, utilizándose la cámara Nikon CoolPix acoplada al microscopio para la obtención de imágenes. Las micrografías obtenidas de cada una de las muestras se han obtenido a diferentes aumentos (50X, 100x, 200X, 500X y 1000X) ya que el microscopio monta objetivo 5X, 10X, 20X, 50X y 100X, así como oculares 10X.



**Figura 3.44** Microscopio óptico Nikon Epiphot 200 empleado para el estudio micrográfico de las distintas muestras.

Las micrografías se han obtenido en los puntos representativos de la Figura 3.45, ya que los compactos al ser cilíndricos y al existir simetría, estos cinco puntos son suficientes para caracterizar la microestructura de todas las muestras. De manera que para dichos puntos se han captado imágenes empleando los distintos aumentos que dispone el microscopio.





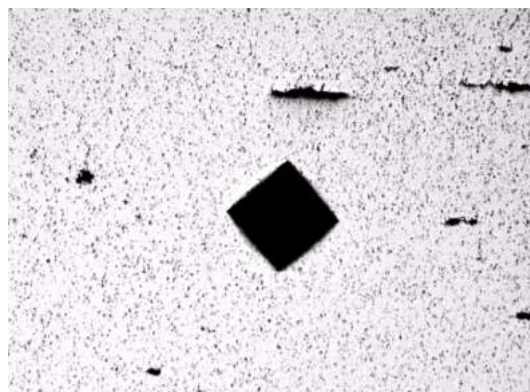
**Figura 3.45** Esquema ilustrativo de los puntos representativos de las muestras donde se obtendrán las micrografías y se realizarán los ensayos de microdureza Vickers.

### 3.5.5 Ensayo microdureza Vickers

Para la determinación de la dureza de las distintas muestras obtenidas se ha empleado el ensayo de microdureza Vickers, el cual se encuentra especificado en la norma ASTM E 384-17 [53] y UNE-EN 6507-1 [54]. Se ha decidido utilizar este ensayo de microindentación ya que permite evaluar la variación de la dureza a lo largo de distancias pequeñas. Este tipo de ensayo consiste en la aplicación de una fuerza  $P$  mediante un indentador piramidal cuyas caras opuestas forman un ángulo de  $136^\circ$ , de manera que se producirá una huella como la mostrada en la Figura 3.46 la cual presenta las diagonales  $d_1$  y  $d_2$ . El valor de dureza Vickers se obtendrá mediante la siguiente expresión.

$$HV = \frac{2P \cdot \sin(\alpha/2)}{d^2} = 1.8544 \frac{P}{d^2}$$

donde  $d$  es el valor medio de las diagonales de la huella producida en mm y  $P$  es el valor de la fuerza aplicada en kgf.



**Figura 3.46** Huella producida por el ensayo de microdureza Vickers HV-1.

Para la realización del ensayo de microdureza Vickers se ha empleado el microdurómetro Struers Duramin-A300 mostrado en la Figura 3.47. Éste dispone de un software que permite determinar la longitud de las diagonales, a partir de las cuales es capaz de calcular el valor de dureza Vickers sin tener que realizar ningún cálculo adicional.



**Figura 3.47** Microdurómetro Struers Duramin-A300 empleado para la realización de los ensayos de microdureza Vickers en las distintas muestras.

Además, dicho software permite definir patrones para la realización del ensayo en distintos puntos de la muestra automáticamente. El patrón seguido para la medición la dureza en las distintas muestras es el mismo que se ha empleado en la obtención de las micrografías (Figura 3.45). En la Tabla 3.6 se muestra las posiciones de los distintos puntos donde se han realizado los ensayos de microdureza Vickers dentro de cada muestra, siendo  $H$  la altura del compacto y  $D$  el diámetro de éste.

**Tabla 3.6** Posiciones del patrón de medida empleado en los ensayos de microdureza Vickers.

Punto nº	Descripción	Posición (h, d)
1	Superficie de la base y superficie lateral del cilindro	$h=0, d=0$
2	Zona central de la superficie de la base del cilindro	$h=0, d=D/2$
3	Zona central del rectángulo formado por el resto de puntos	$h=H/4, d=D/4$
4	Zona central de la superficie lateral del cilindro	$h=H/2, d=0$
5	Centro del cilindro	$h=H/2, d=D/2$

El ensayo de microdureza Vickers emplea una carga comprendidas entre 1 y 1000 gf [53]. En el presente proyecto se ha empleado una carga de 1 kgf, dicho valor es necesario tenerlo en consideración ya que el valor de la dureza variará según la carga empleada. Dicha carga se mantendrá durante un periodo de 12 s.

Para la realización de estos ensayos las muestras se han preparado metalográficamente, tras la obtención de las macrografías y micrografías para así eliminar la posible suciedad y zonas sobreatacadas que pueden afectar al valor de las mediciones.

## 4 Resultados y discusión

---

### 4.1 Introducción

En este apartado se mostrarán los resultados obtenidos del presente proyecto. Dichos resultados se clasificarán de la siguiente forma:

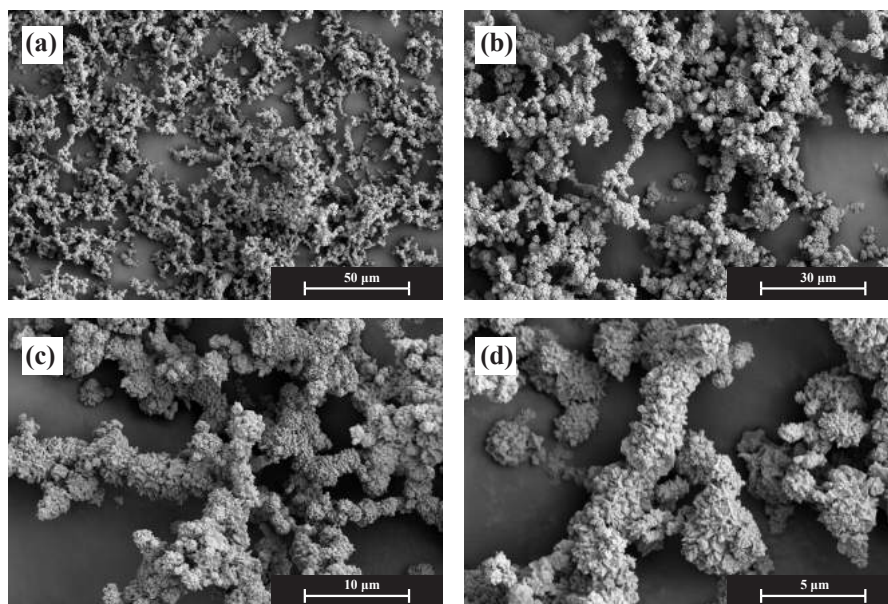
- Caracterización de polvo de níquel Ni T255, donde se realizará un estudio de la morfología de las partículas de polvo mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), se obtendrá la distribución granulométrica de éste, se determinará la porosidad de golpeo y finalmente se obtendrán las curvas de compresibilidad y de compresibilidad-resistividad.
- Sinterizado de compactos cilíndricos, donde se analizarán distintas variables involucradas durante todas experiencias de sinterización por resistencia eléctrica.
- Caracterización de los compactos sinterizados convencionalmente en atmósfera de argón y de vacío, así como los obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica para distintas intensidades de sinterización ( $I_{2i}$ ) y distintos tiempos de calentamiento ( $t_{s2}$ ). Para ello, se determinará la porosidad global dimensional, la resistividad eléctrica y la curva de histéresis de cada una de las muestras. Además, se realizará un estudio macrográfico y micrográfico de la sección diametral de todos ellos, así como ensayos de microdureza Vickers en distintos puntos de ésta.

### 4.2 Caracterización de polvos

#### 4.2.1 Morfología de los polvos

Para la determinación de la morfología de los polvos se ha empleado la microscopía electrónica de barrido ya que su gran amplitud de campo permite obtener imágenes tridimensionales del polvo.

En la Figura 4.1 se muestran imágenes obtenidas mediante microscopía SEM a distintos aumentos del polvo de níquel Ni T255, las cuales permiten extraer algunas conclusiones con respecto a su morfología. A partir de estas micrografías se ha podido determinar que el tamaño de partícula de polvo de níquel Ni T255 es de 3–5  $\mu\text{m}$ , valor que posteriormente se verá que no coincide con el valor obtenido de la granulometría.



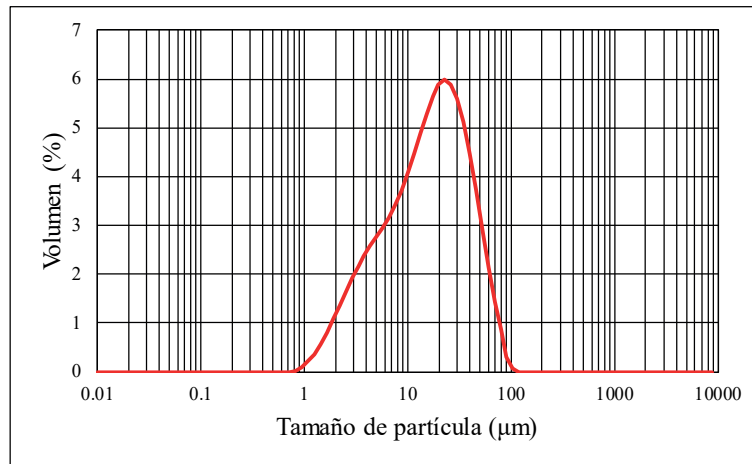
**Figura 4.1** Imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) del polvo de níquel Ni T255 a distintos aumentos ( a)1000X, b)2500X, c)5000X y d)10000X).

Como se puede observar en la Figura 4.1.d, la morfología del polvo tiene forma de filamentos irregulares como se hizo referencia en el Apartado 3.2. Además, dicha morfología característica favorece la aglomeración del polvo en pequeños grupos de unos 50 μm de tamaño, formándose así pequeñas cavidades como las mostradas en la Figura 4.1.a.

#### 4.2.2 Granulometría

Mediante la granulometría realizada con el equipo Mastersizer 2000 se puede obtener la distribución granulométrica del polvo, a partir de la cual se puede determinar el tamaño medio de partícula así como otras variables estadísticas.

En la Figura 4.2 se muestra la distribución granulométrica de los polvos de níquel Ni T255, a partir de la cual se han obtenido el tamaño y radio medio de la partícula, mediana, moda, varianza y desviación típica de dicha distribución. Dichos valores se encuentran recogidos en la Tabla 4.1.



**Figura 4.2** Distribución granulométrica del polvo de níquel Ni T255.

**Tabla 4.1** Valores de distintas variable estadísticas de la distribución granulométrica del polvo de níquel Ni T255.

Tamaño medio [ $\mu\text{m}$ ]	Radio medio [ $\mu\text{m}$ ]	Moda [ $\mu\text{m}$ ]	Mediana [ $\mu\text{m}$ ]	Varianza [ $\mu\text{m}^2$ ]	Desviación típica [ $\mu\text{m}$ ]
20.791	10.395	22.909	15.168	295.369	17.186

Como se puede observar en la Figura 4.2 la distribución granulométrica no presenta simetría, lo cual puede deberse a la formación de agrupaciones de partículas. Además, cabe destacar la diferencia existente entre el tamaño medio obtenido mediante la granulometría ( $20.791 \mu\text{m}$ ) y el tamaño medio aportado por el fabricante ( $2.2 - 2.8 \mu\text{m}$ ). Dicha gran diferencia se debe a que el polvo de níquel Ni T255 tiende a formar aglomeraciones, como se mostró en el estudio morfológico mediante imágenes SEM. De manera que el valor del tamaño medio obtenido mediante granulometría no corresponde con el tamaño medio de partícula, sino el tamaño medio de los aglomerados característicos que forma el polvo de níquel Ni T255.

### 4.2.3 Densidad de golpeo

La densidad de golpeo tiene una gran importancia en la fabricación mediante pulvimetalurgia, ya que establecerá la masa de polvo a emplear para la obtención de un compacto. Este hecho se debe a que la densidad por golpeo depende de la altura de la columna de polvo como se comentó en el Apartado 3.3.3.

En la Tabla 4.2 se muestran las densidades características del polvo de níquel Ni T255, así como la porosidad por golpeo.

**Tabla 4.2** Valores de densidades características del polvo de níquel Ni T255.

Densidad absoluta [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	Densidad de golpeo [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	Densidad relativa [%]	Porosidad de golpeo [%]
8.910	1.136	12.750	87.250

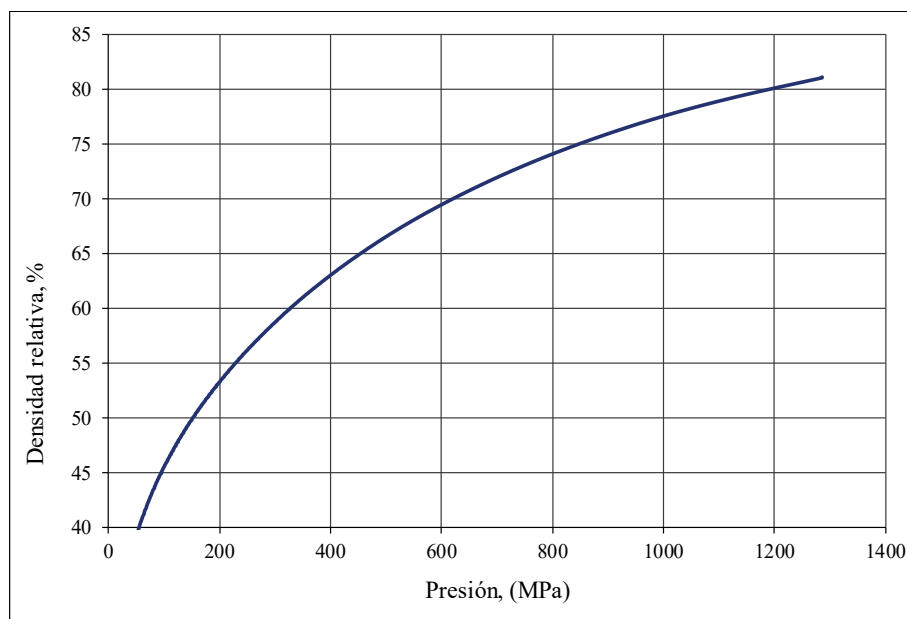
Se debe tener en cuenta que la densidad absoluta del polvo se obtuvo en proyectos anteriores mediante un picnómetro, por lo que dicho valor no ha sido obtenido en el presente proyecto. Entre

los valores observados en la Tabla 4.2 cabe destacar la gran diferencia existente entre la densidad absoluta ( $8.910\text{ g/cm}^3$ ) y la densidad de golpeo ( $1.136\text{ g/cm}^3$ ). Esta gran diferencia es debida a la estructura en forma de filamentos, como se mostró en las imágenes de microscopía SEM, que posee el níquel la cual favorece las aglomeraciones y la existencia de grandes cavidades ya que la porosidad de golpeo es del 87.250 %.

#### 4.2.4 Curva de compresibilidad

La curva de compresibilidad presenta una gran importancia ya que permite determinar la presión de compactación para la obtención de piezas de elevada densidad.

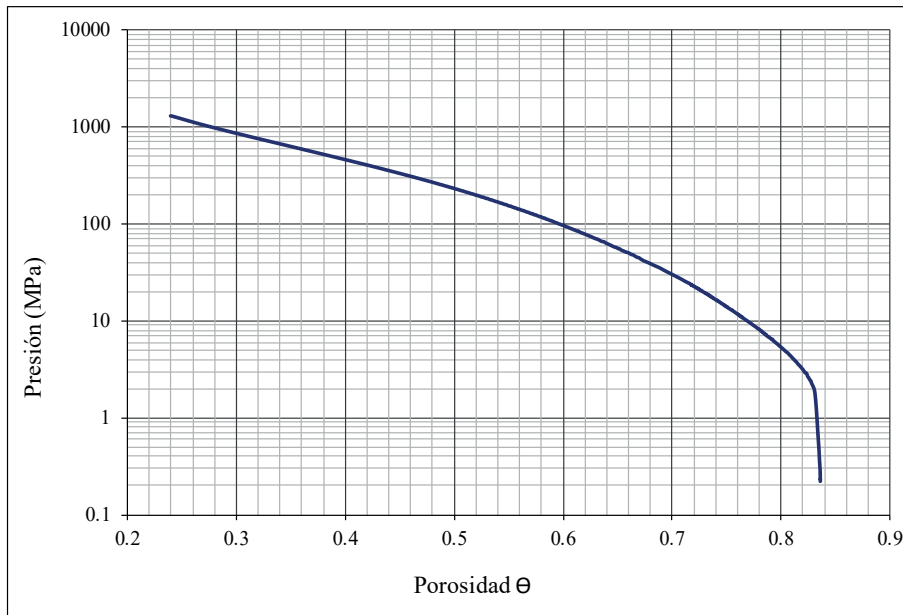
La curva de compresibilidad del níquel Ni T255 se muestra en la Figura 4.3. En dicha figura, se representa la variación de la densidad relativa de la masa de polvos con respecto al valor de la presión de compactación.



**Figura 4.3** Curva de compresibilidad del polvo de níquel Ni T255 en términos de densidad relativa.

Como se puede observar en la curva de compresibilidad el polvo de níquel Ni T255 no presenta una compresibilidad muy elevada ya que para una presión de 1285 MPa se alcanza una densidad relativa del 81.09 %. Este hecho provocará que no se lleguen a alcanzar densificaciones completas tanto en la ruta convencional pulvimetalúrgica ni en la sinterización por resistencia eléctrica. En apartados posteriores se comparará la densidad relativa que tendría el compacto en verde para la presión de compactación con la densidad que presente el compacto cilíndrico ya sinterizado.

Por otro lado, en la Figura 4.4 se muestra la curva de la porosidad que presenta la masa de polvo para distintas presiones de compactación. En dicha figura cabe destacar que la porosidad para presiones elevadas (1285 MPa) es considerable, presentando un valor de 18.91 %.



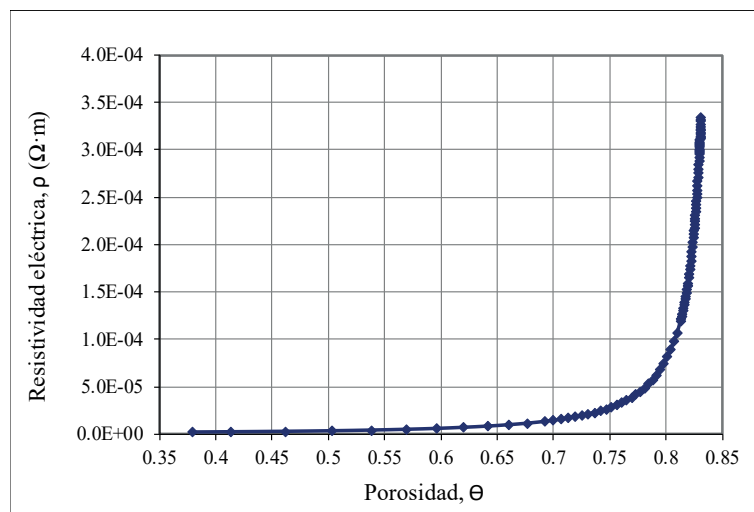
**Figura 4.4** Curva de compresibilidad del polvo de níquel Ni T255 en términos de porosidad.

A partir de la curva de compresibilidad (Figura 4.3) y la curva de porosidad (Figura 4.4) se ha decidido que la presión a emplear para la compactación uniaxial de la masa de polvos según la ruta convencional pulvimetalúrgica sea de 1200 MPa. Para dicha presión se debe tener en cuenta que los valores de la densidad relativa y la porosidad son de 80.10 % y 19.90 % respectivamente.

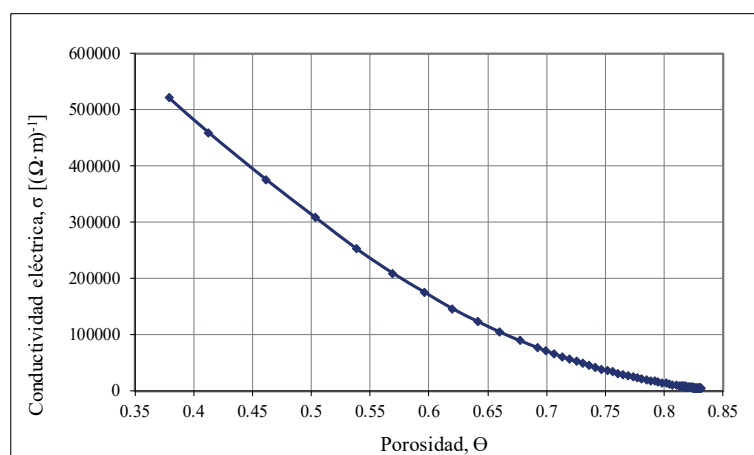
#### 4.2.5 Curva de resistividad-porosidad

La curva de resistividad-porosidad permitirá determinar el comportamiento del material ante la sinterización por resistencia eléctrica ya que la resistencia de la masa de polvos varía durante la compactación de ésta. Dicha variación de la resistencia provocará que en los primeros ciclos de la sinterización se realice una regulación para poder suministrar la intensidad requerida. De manera que, cuanto menor sea este periodo de regulación, mejor será la sinterización.

Para el níquel Ni T255 la curva de resistividad-porosidad se representa en la Figura 4.5; mientras que la curva de conductividad-porosidad se muestra en la Figura 4.6



**Figura 4.5** Curva de resistividad-porosidad del polvo de níquel Ni T255.



**Figura 4.6** Curva de conductividad-porosidad del polvo de níquel Ni T255.

Como se puede observar en ambas figuras, la resistividad  $\rho$ , inversa de la conductividad  $\sigma$ , del polvo de níquel se reduce considerablemente durante la compactación de la masa de polvo pasando de  $3.34 \cdot 10^{-4} \Omega m$  para una porosidad del 83.10 % a una resistividad de  $2.84 \cdot 10^{-5} \Omega m$  para una porosidad del 75.16 %, es decir, disminuyendo aproximadamente un 8 % la porosidad se ha conseguido disminuir en un 91.5 % la resistividad inicial de la masa de polvo. Esto conlleva a un buen comportamiento del níquel Ni T255, hipotéticamente, durante la sinterización por resistencia eléctrica.

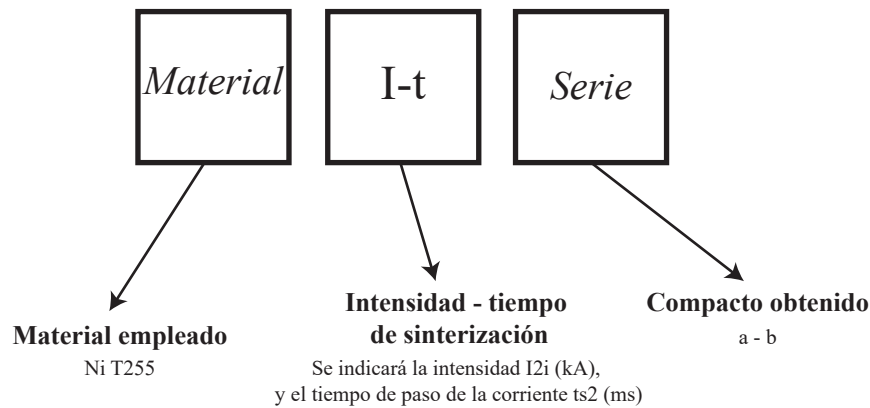
### 4.3 Sinterizado de compactos cilíndricos

#### 4.3.1 Designación de los compactos

Por conveniencia, resulta práctica la designación de los distintos compactos obtenidos por sinterización por resistencia eléctrica, así como los obtenidos por la ruta convencional pulvimetalúrgica.



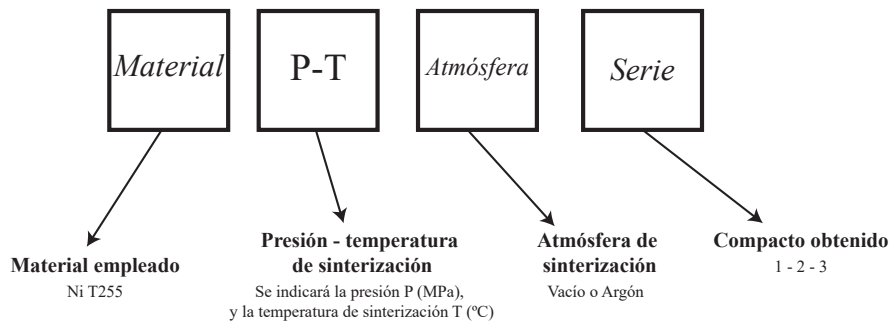
La nomenclatura empleada para la designación de los compactos obtenidos mediante la sinterización por resistencia eléctrica es la mostrada en la Figura 4.7



**Figura 4.7** Nomenclatura empleada para designar los compactos obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica.

La designación de los compactos cilíndricos obtenidos por sinterización por resistencia eléctrica estará formada por el material de partida empleado (*Ni T255*), la intensidad  $I_{2i}$  (kA) que tendrá los valores 6, 8 y 10, el tiempo de sinterización  $ts_2$  (ms) cuyos valores serán 400, 700 y 1000. Finalmente, al haberse fabricado dos compactos de cada combinación  $I_{2i} - ts_2$  se ha decidido diferenciarlos por las letras a y b.

Por otro lado, la nomenclatura establecida para los compactos cilíndricos obtenidos mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica se muestra en la Figura 4.8.



**Figura 4.8** Nomenclatura empleada para designar los compactos obtenidos mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica.

La designación de los compactos cilíndricos obtenidos por la ruta convencional pulvimetalúrgica estará formada por el material de partida empleado (*Ni T255*), la presión de compactación P (MPa) que tendrá el valor de 1200 MPa, la temperatura de sinterización T (°C) cuyo valor es 800°C. A continuación, se determinará la atmósfera de sinterización (vacío o argón). Finalmente, al haberse fabricado tres compactos para cada atmósfera de sinterización, se ha decidido diferenciarlos por los números 1, 2 y 3.

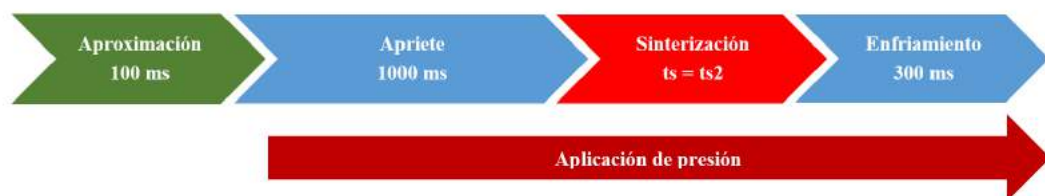
### 4.3.2 Análisis de las experiencias SRE

En este apartado se analizarán distintas variables que intervienen en el proceso de sinterización por resistencia eléctrica con el fin de validar estas experiencias y determinar como se comportan los polvos ante dicha técnica. Las variables involucradas en la sinterización que se estudiarán son:

- Porosidad global.
- Resistencia eléctrica de la masa de polvos.
- Presión de compactación.
- Altura de la masa de polvos.
- Intensidad de corriente eléctrica.
- Energía térmica generada.

Se debe tener en cuenta, que en todas las experiencias el comportamiento del polvo de níquel Ni T255 es igual a diferencia de las distintas variables de sinterización como son la intensidad  $I_2$  y el tiempo  $ts_2$  en el cual se mantiene dicha intensidad de corriente eléctrica. Por ello, se ha decidido analizar el comportamiento de las experiencias de sinterización para la obtención de los compactos *Ni T255 6-400 a* y *Ni T255 8-1000 b*, ya que las conclusiones extraídas son extrapolables al resto de experiencias de manera cualitativa.

Para el análisis de dichas variables se debe tener en cuenta las etapas y tiempos involucrados en cada una de ellas durante la sinterización. En el Apartado 3.4.1 se comentaron éstas brevemente, pero se comentarán a continuación para recordar dichos tiempos y etapas. La sinterización está formada por una etapa de aproximación, la cual es de 100 ms en todos los casos. A continuación se encuentra la etapa de apriete en la que se aplica presión pero no corriente eléctrica, su valor se ha fijado en 1000 ms para todas las experiencias. Seguido del apriete se encuentra la etapa de sinterización, cuyo tiempo  $ts$  se obtiene de la suma de los tiempos  $ts_1$  y  $ts_2$  de las etapas de precalentamiento y calentamiento, respectivamente. En el presente proyecto, el tiempo de precalentamiento  $ts_1$  se ha fijado en 0 ms, por lo que el tiempo de sinterización  $ts$  será igual que el tiempo de la etapa de calentamiento  $ts_2$ , cuyo valor depende de la experiencia de sinterización realizada. Finalmente, existe una última etapa de enfriamiento, en la que su tiempo se ha definido en 300 ms. En la Figura 4.9 se muestra la secuencia de los tiempos seguidos en las distintas etapas de la sinterización por resistencia eléctrica.

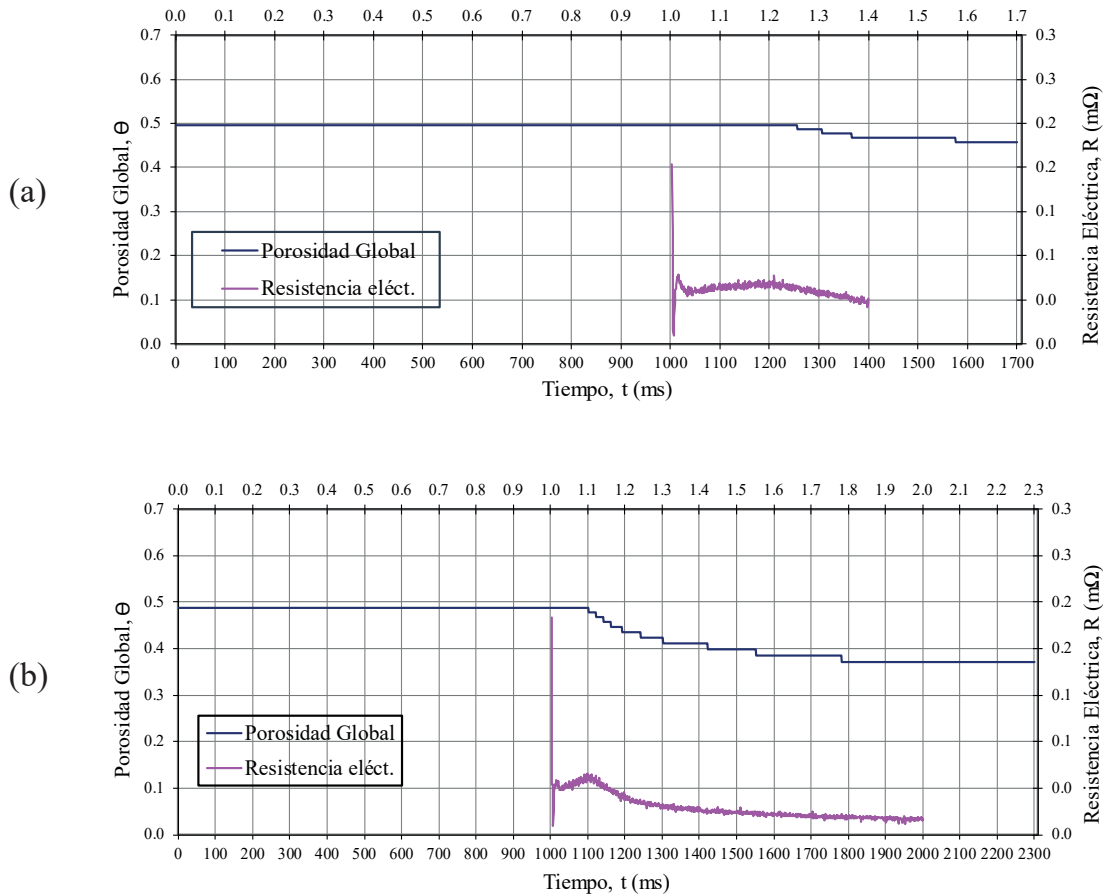


**Figura 4.9** Diagrama de la secuencia de tiempos seguidos en las distintas etapas de sinterización por resistencia eléctrica.

Hay que tener en cuenta que la máquina de soldadura registra los distintos parámetros de sinterización a partir de la aproximación, es decir, únicamente en aquellas etapas en las que se aplica presión.

#### 4.3.2.1 Análisis de la porosidad y resistencia eléctrica

A continuación se mostrará la variación de la porosidad global de la masa de polvos con respecto al tiempo que dura una experiencia de sinterización por resistencia eléctrica, así como la variación de su resistencia eléctrica durante el tiempo de la fase de sinterización. Dicha evolución de ambas variables se pueden observar en la Figura 4.10.



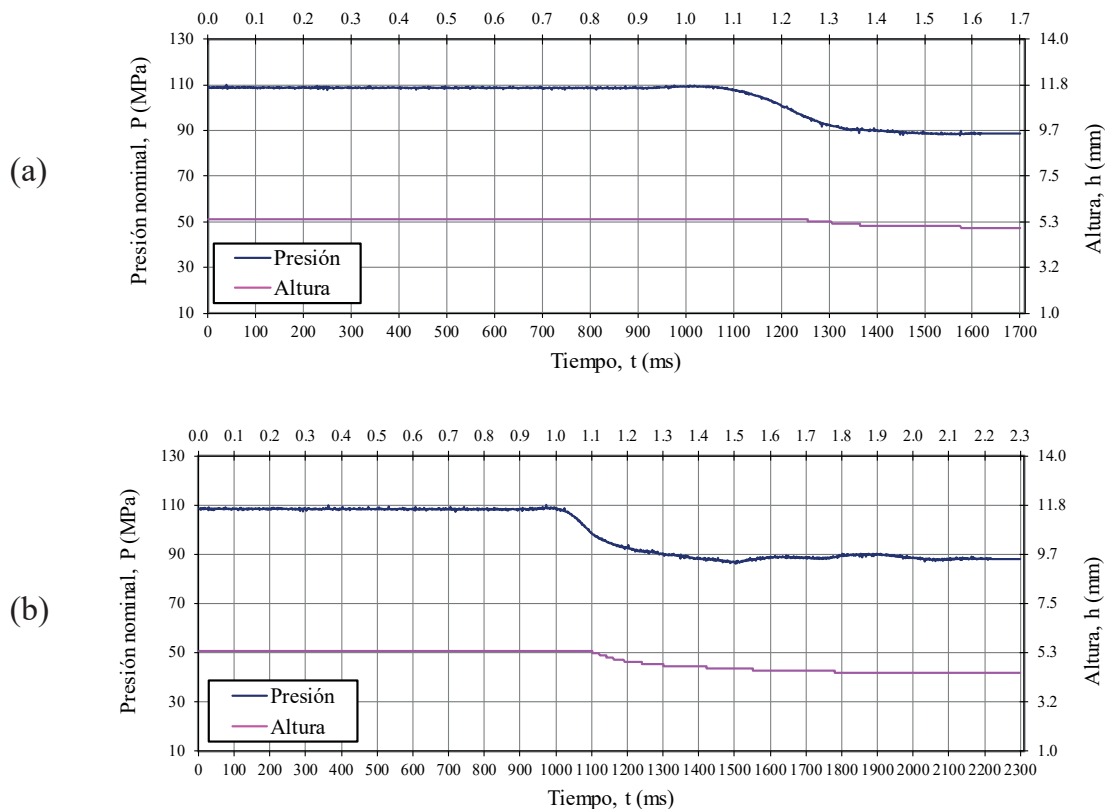
**Figura 4.10** Evolución de la porosidad global y resistencia eléctrica de la masa polvos a lo largo del tiempo durante una experiencia SRE a) Ni T255 6-400 y b) Ni T255 8-1000.

En dicha figura se puede observar que la evolución de la porosidad global es similar en ambos casos; durante el comienzo de la aplicación de la corriente eléctrica se mantiene constante, mientras que, posteriormente, comienza a decrecer hasta que su valor se estabiliza. En las distintas experiencias cabe destacar que cuanto mayor es la intensidad de la corriente de la etapa de calentamiento ( $I_{2i}$ ), mayor es la velocidad con la que disminuye la porosidad global. Además, cuanto mayor es este valor y el tiempo de calentamiento ( $t_{s2}$ ) menor es la porosidad global.

Con respecto a la resistencia eléctrica de la masa de polvos, se puede observar como al comienzo de la etapa de calentamiento se produce un pico en el valor de ésta, decreciendo a gran velocidad. Posteriormente, se produce un repentino crecimiento para después decrecer hasta llegar al valor de resistencia eléctrica final.

#### 4.3.2.2 Análisis de la presión y altura de la masa de polvo

La evolución de la presión aplicada sobre la masa de polvo, así como la altura de ésta con respecto al tiempo se representa en la Figura 4.11.

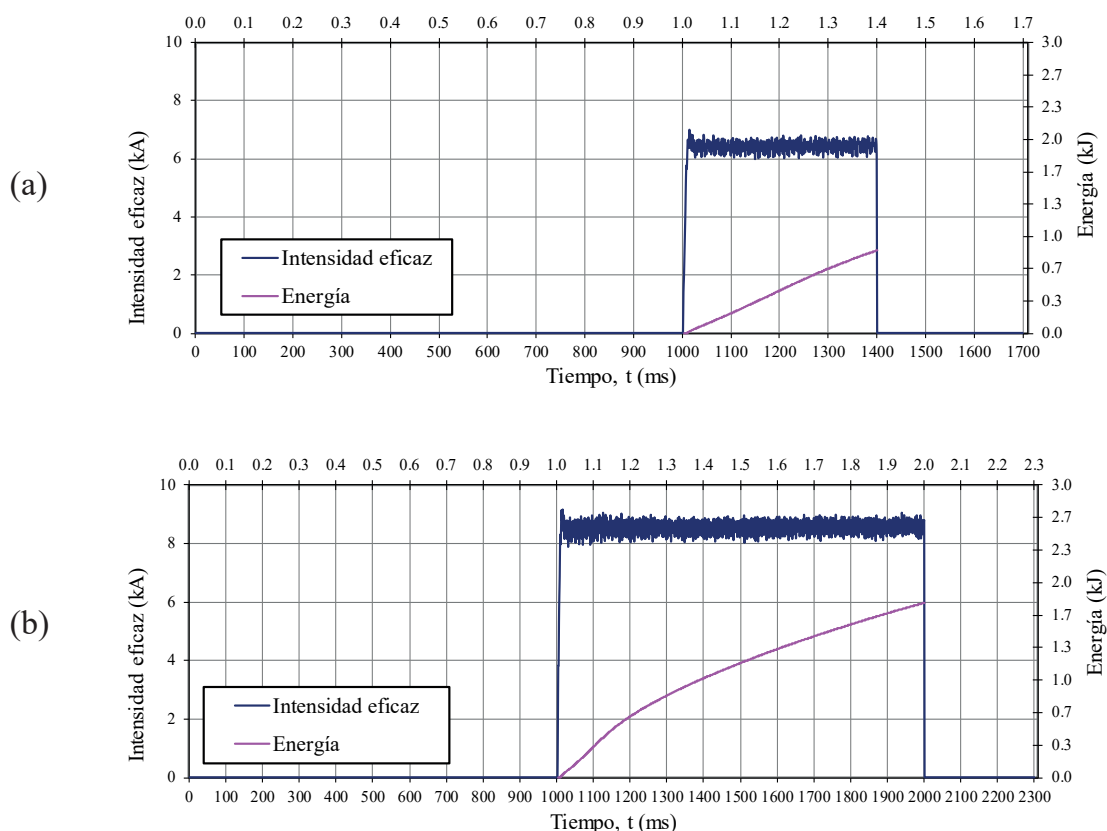


**Figura 4.11** Evolución de la presión aplicada y altura de la columna de la masa polvos a lo largo del tiempo durante una experiencia SRE a) Ni T255 6-400 y b) Ni T255 8-1000.

En dicha figura se puede observar como la presión aplicada sobre la masa de polvos sufre una gran caída al comienzo de la etapa de calentamiento, es decir, cuando se aplica la corriente eléctrica. Este hecho es debido al comienzo de la densificación del polvo, la cual produce la disminución de la altura de la masa de polvos siendo por tanto complejo el mantenimiento de la presión.

#### 4.3.2.3 Análisis de la energía e intensidad de corriente

La evolución de la intensidad eficaz aplicada sobre la masa de polvo, así como la energía térmica producida por efecto Joule con respecto al tiempo se representa en la Figura 4.12.



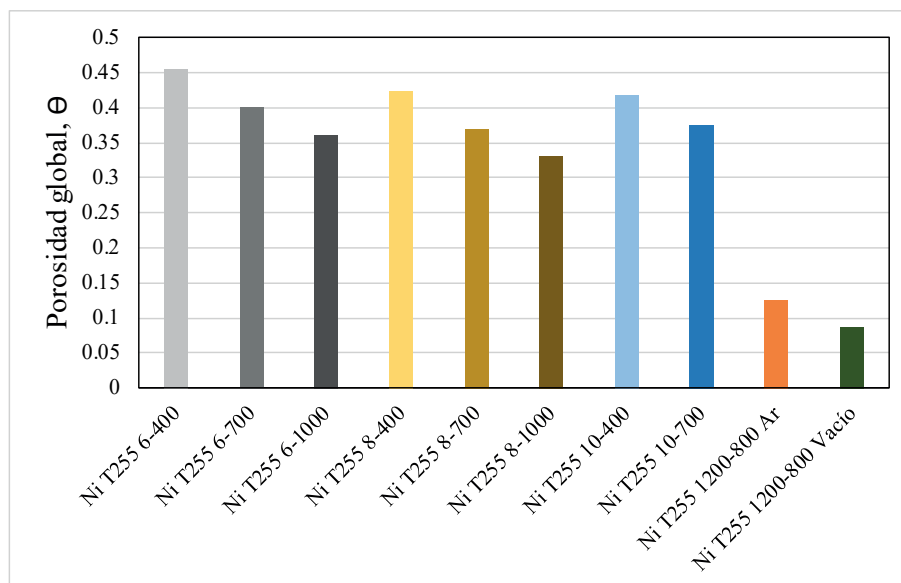
**Figura 4.12** Evolución de la intensidad eficaz y energía térmica a lo largo del tiempo durante una experiencia SRE a) Ni T255 6-400 y b) Ni T255 8-1000.

Como se puede observar en dicha figura, el polvo de níquel Ni T255 tiene un buen comportamiento durante las distintas experiencias ya que no existen picos de intensidad al comienzo de la etapa de calentamiento. El motivo de este buen comportamiento podría deberse a la baja resistividad que presenta el óxido de níquel presente en las partículas de polvo. Por otro lado, se puede observar como la energía debida al efecto Joule evoluciona, aproximadamente, de forma lineal a lo largo del tiempo en todas las experiencias realizadas.

## 4.4 Caracterización de compactos

### 4.4.1 Porosidad global

Los resultados de la porosidad global de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica y la ruta convencional pulvimetalúrgica se muestran en la Figura 4.13 y Tabla 4.3.



**Figura 4.13** Porosidad global de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica y la ruta convencional pulvimetalúrgica.

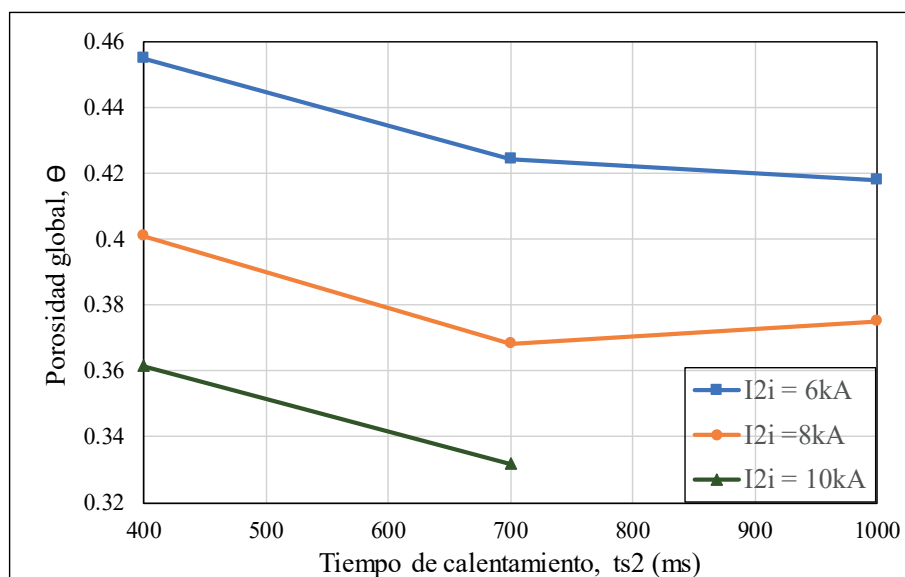
**Tabla 4.3** Valores de la porosidad global de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica y la ruta convencional pulvimetalúrgica.

Compacto	Porosidad global
Ni T255 6-400	0.4548
Ni T255 6-700	0.4008
Ni T255 6-1000	0.3614
Ni T255 8-400	0.4242
Ni T255 8-700	0.36825
Ni T255 8-1000	0.33185
Ni T255 10-400	0.418
Ni T255 10-700	0.3748
Ni T255 1200-800 Ar	0.1261
Ni T255 1200-800 Vacío	0.0873

En la Figura 4.13 se puede observar como los compactos obtenidos mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica presentan una menor porosidad que los fabricados por sinterización por resistencia eléctrica. El motivo de dicha menor porosidad en los compactos obtenidos convencionalmente es la mayor densificación de los polvos la cual se produce durante prolongados periodos de tiempo, mientras que la sinterización por resistencia eléctrica al presentar una duración inferior al segundo se alcanza una menor densificación y por tanto una menor densidad.

Además, en los compactos obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica, la porosidad disminuye cuanto mayor es la intensidad de corriente eléctrica ( $I_{2i}$ ), como el tiempo por el cual circula ésta ( $ts_2$ ). Esto es debido a que cuanto mayor sean estos dos parámetros mayor será la

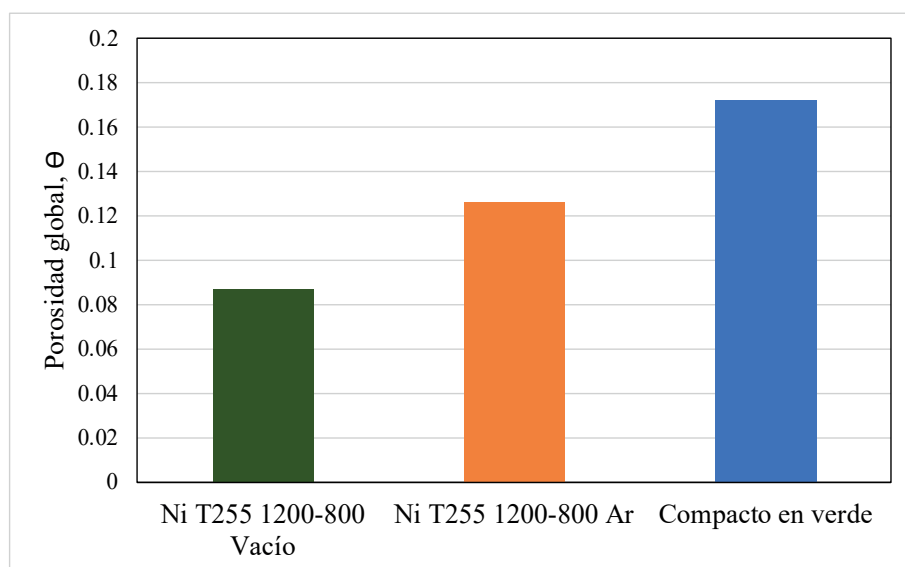
energía térmica específica durante la sinterización, de manera que mayor será la densificación del polvo de níquel. La dependencia de la porosidad  $\Theta$  con respecto a la intensidad  $I_{2i}$  y el tiempo  $ts_2$  durante el que circula dicha corriente eléctrica se muestra en la Figura 4.14.



**Figura 4.14** Porosidad de los compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante distintas intensidades y tiempos por sinterización por resistencia eléctrica.

En dicha figura se muestra la tendencia anteriormente descrita, aunque existe el caso puntual del compacto *Ni T255 6-1000* que presenta una porosidad ligeramente superior a la del compacto *Ni T255 6-700* a pesar de que este última tenga un menor tiempo de paso de corriente.

Por otro lado, en la Figura 4.15 y en la Tabla 4.4 se muestran las porosidades de los compactos obtenidos por la ruta convencional pulvimetalúrgica mediante atmósfera de sinterización de argón y de vacío, así como la porosidad del compacto en verde, es decir, antes de ser sinterizado.



**Figura 4.15** Porosidad global de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos la ruta convencional pulvimetalúrgica y del compacto en verde.

**Tabla 4.4** Valores de porosidad global de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos la ruta convencional pulvimetalúrgica y del compacto en verde.

Compacto	Porosidad
Ni T255 1200-800 Vacío	0.0873
Ni T255 1200-800 Ar	0.1261
Compacto en verde	0.1722

Como se puede observar, la sinterización por la ruta convencional en atmósfera de vacío reduce en un 9 % la porosidad del compacto en verde (17.22 %) la cual es mucho menor que la porosidad de cualquiera de las muestras obtenidas mediante sinterización por resistencia eléctrica. En cambio, la sinterización por la ruta convencional en atmósfera de argón reduce la porosidad del compacto (5 %), aunque la densificación alcanzada no es tan elevada como en la sinterización en vacío.

#### 4.4.2 Resistividad eléctrica

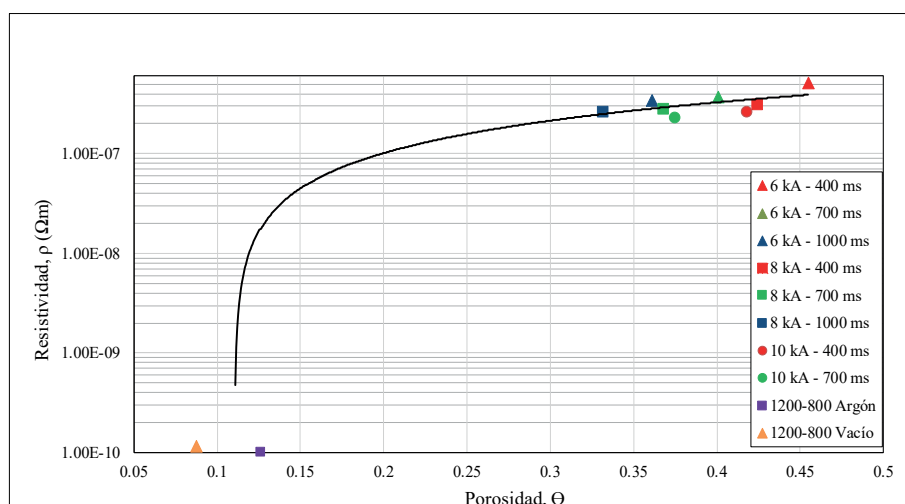
Los valores de resistividad eléctrica de todas las muestras sinterizadas convencionalmente y por resistencia eléctrica, obtenidos mediante el procedimiento experimental descrito en el Apartado 3.5.2, se muestran en la Tabla 4.5.

**Tabla 4.5** Valores de resistencia eléctrica de los distintos compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica y la ruta convencional pulvimetalúrgica.

Compacto	Resistividad, $\rho$ [ $\Omega\text{m}$ ]
Ni T255 6-400	5.06582E-07
Ni T255 6-700	3.65996E-07
Ni T255 6-1000	3.40077E-07
Ni T255 8-400	3.09447E-07
Ni T255 8-700	2.7646E-07
Ni T255 8-1000	2.57611E-07
Ni T255 10-400	2.5604E-07
Ni T255 10-700	2.25409E-07
Ni T255 1200-800 Ar	1.01002E-10
Ni T255 1200-800 Vacío	1.14993E-10

En la Tabla 4.5 cabe destacar la gran diferencia existente entre la resistividad eléctrica de los compactos convencionales y los compactos SRE. Las muestras sinterizadas mediante SRE presentan una resistividad alrededor de 2000 veces mayor que la de los compactos convencionales. El motivo de dicha variación se debe al efecto que tiene la porosidad en dicha magnitud. En la Figura 4.16 se muestra el valor de resistividad  $\rho$  de los distintos compactos en función de la porosidad  $\Theta$  de éstos.

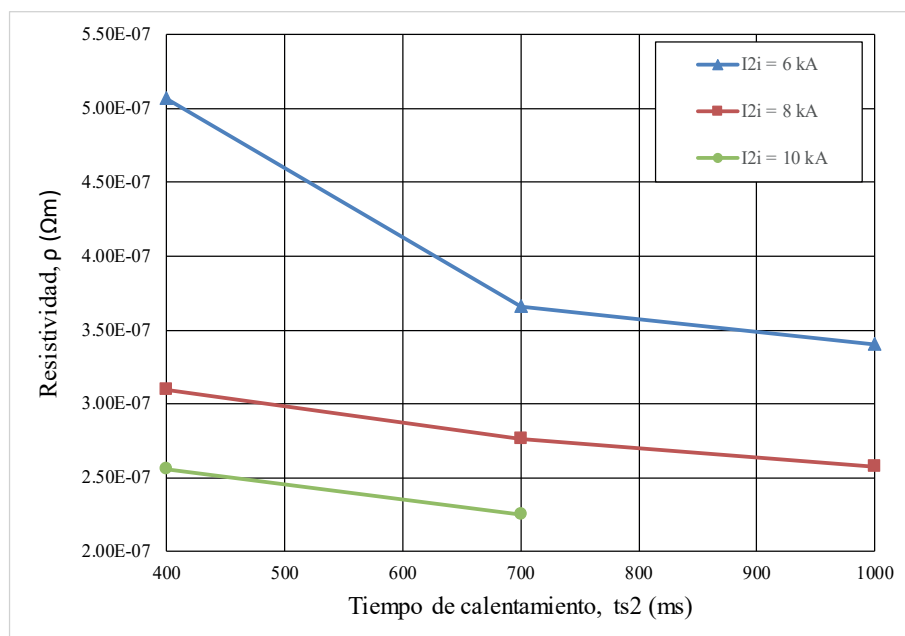




**Figura 4.16** Resistividad eléctrica de los distintos compactos en función de la porosidad de éstos.

De la Figura 4.16 se puede extraer la conclusión que cuanto menor es la porosidad del compacto menor será su resistividad, es decir, a mayor densificación menor será la resistencia que oponga el material a conducir corriente eléctrica, por lo que menor serán las pérdidas de energía en forma de calor.

En cuanto a los efectos que tienen algunos parámetros de sinterización como el tiempo de calentamiento ( $t_{s2}$ ) y la intensidad de corriente eléctrica ( $I_{2i}$ ) en el valor de la resistividad de los compactos obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica, se muestra la Figura 4.17.



**Figura 4.17** Resistividad eléctrica de los compactos de níquel Ni T255 obtenidos mediante distintas intensidades y tiempos de sinterización por resistencia eléctrica.

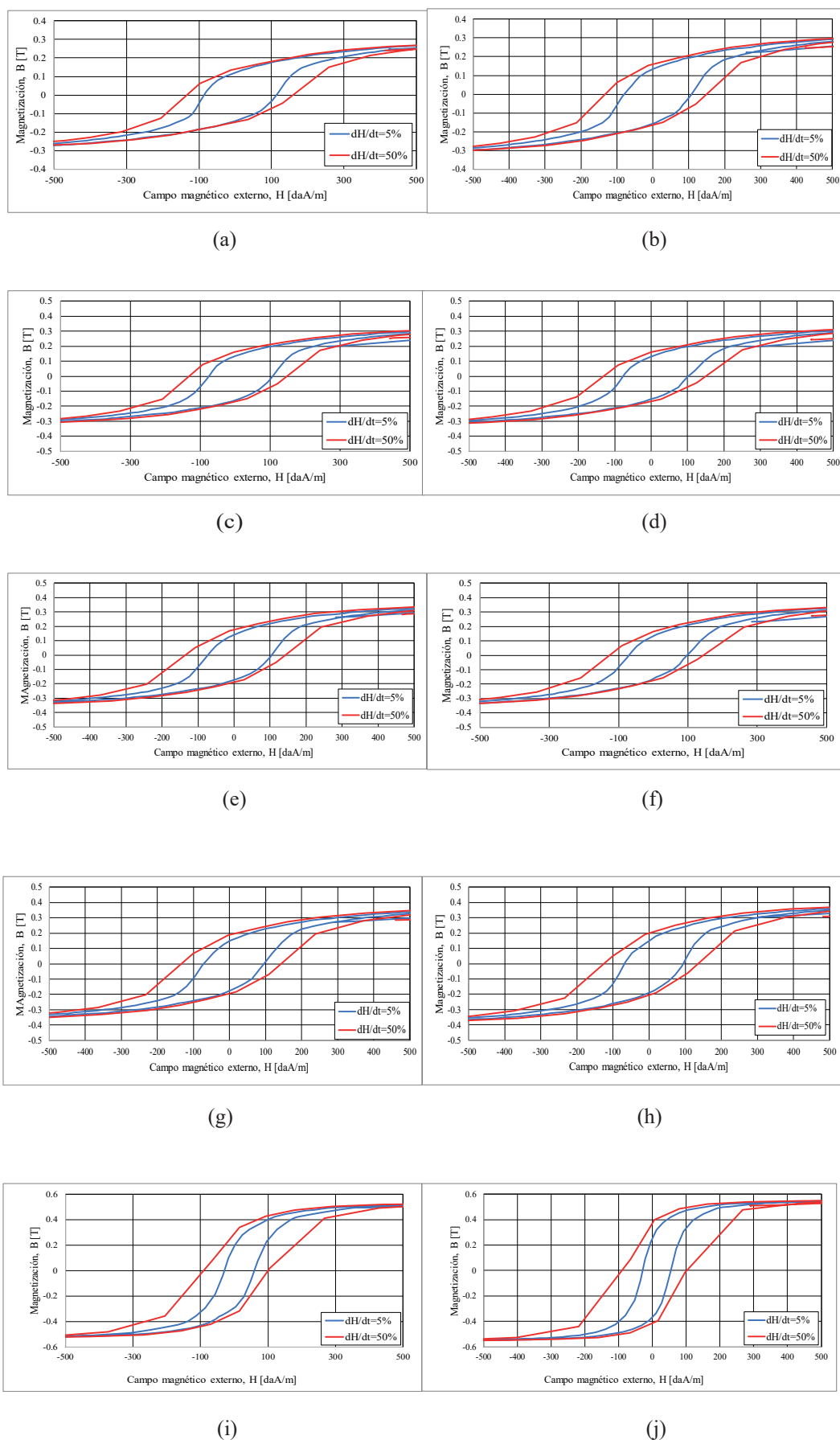
En la Figura 4.17 se puede observar como ante mayor intensidad de corriente eléctrica, como mayor tiempo de aplicación de ésta, se obtiene una menor resistividad eléctrica. Este hecho es

debido a la menor porosidad que presentan los compactos cuanto mayor es la intensidad y el tiempo de sinterización, provocando una menor resistencia al paso de corriente eléctrica.

#### **4.4.3 Curvas de histéresis**

Las curvas de histéresis obtenidas según el Apartado 3.5.3, permiten determinar parámetros importantes como la coercitividad, remanencia y saturación que pueden ser importantes para conocer cual es la técnica de fabricación y condiciones de sinterización más adecuadas para la obtención de núcleos de transformadores.

En la Figura 4.18 se muestran las curvas de histéresis obtenidas para los distintos compactos cilíndricos fabricados por las técnicas pulvimetalúrgicas empleadas. Mientras que en la Tabla 4.6, Tabla 4.7 y Tabla 4.8 se muestran los valores de coercitividades, saturaciones y remanencias respectivamente de los distintos compactos y distintas frecuencias de magnetización  $dH/dt$ .



**Figura 4.18** Ciclos de histéresis obtenidos para los distintos compactos cilíndricos de níquel Ni T255 fabricados por las técnicas pulvimetalúrgicas empleadas (a) 6-400, b) 6-700, c) 6-1000, d) 8-400, e) 8-700, f) 8-1000, g) 10-400, h) 10-700, i) Convencional-Argón y j) Convencional-vacío).

**Tabla 4.6** Valores de la coercitividad de los distintos compactos de níquel Ni T255 dependiendo de la variación de campo magnético externo  $dH/dt$ .

Compacto	$dH/dt=5\%$		$dH/dt=50\%$	
	Coercitividad $B_0^C$ [daA/m]	Coercitividad $-B_0^C$ [daA/m]	Coercitividad $B_0^C$ [daA/m]	Coercitividad $-B_0^C$ [daA/m]
Ni T255 6-400	112.802	-84.527	155.184	-136.145
Ni T255 6-700	107.382	-80.548	149.575	-132.630
Ni T255 6-1000	108.577	-78.370	149.805	-130.981
Ni T255 8-400	103.259	-77.695	148.125	-133.778
Ni T255 8-700	100.466	-71.912	139.006	-103.978
Ni T255 8-1000	98.120	-71.125	144.293	-126.793
Ni T255 10-400	98.737	-72.876	142.212	-132.905
Ni T255 10-700	100.369	-66.904	137.578	-122.981
Ni T255 1200-800 Ar	56.049	-29.046	101.060	-91.253
Ni T255 1200-800 Vacío	55.812	-27.678	104.348	-90.712

**Tabla 4.7** Valores de la saturación de los distintos compactos de níquel Ni T255 dependiendo de la variación de campo magnético externo  $dH/dt$ .

Compacto	$dH/dt=5\%$		$dH/dt=50\%$	
	Saturación $B_{sat}$ [T]	Saturación $-B_{sat}$ [T]	Saturación $B_{sat}$ [T]	Saturación $-B_{sat}$ [T]
Ni T255 6-400	0.334	-0.335	0.332	-0.334
Ni T255 6-700	0.356	-0.360	0.361	-0.355
Ni T255 6-1000	0.359	-0.364	0.356	-0.365
Ni T255 8-400	0.375	-0.372	0.375	-0.375
Ni T255 8-700	0.393	-0.393	0.393	-0.394
Ni T255 8-1000	0.396	-0.397	0.393	-0.394
Ni T255 10-400	0.402	-0.402	0.403	-0.404
Ni T255 10-700	0.422	-0.422	0.421	-0.422
Ni T255 1200-800 Ar	0.534	-0.533	0.533	-0.531
Ni T255 1200-800 Vacío	0.553	-0.557	0.543	-0.555

**Tabla 4.8** Valores de la remanencia de los distintos compactos de níquel Ni T255 dependiendo de la variación de campo magnético externo  $dH/dt$ .

Compacto	$dH/dt=5\%$		$dH/dt=50\%$	
	Remanencia $B_{rem}$ [T]	Remanencia $-B_{rem}$ [T]	Remanencia $B_{rem}$ [T]	Remanencia $-B_{rem}$ [T]
Ni T255 6-400	0.122	-0.139	0.138	-0.145
Ni T255 6-700	0.134	-0.151	0.152	-0.148
Ni T255 6-1000	0.135	-0.155	0.162	-0.163
Ni T255 8-400	0.132	-0.153	0.159	-0.164
Ni T255 8-700	0.141	-0.171	0.181	-0.191
Ni T255 8-1000	0.122	-0.154	0.164	-0.172
Ni T255 10-400	0.150	-0.172	0.187	-0.191
Ni T255 10-700	0.154	-0.189	0.194	-0.199
Ni T255 1200-800 Ar	0.205	-0.286	0.303	-0.328
Ni T255 1200-800 Vacío	0.228	-0.364	0.397	-0.404

Como se puede observar en la Figura 4.18, el ciclo de histéresis varía según el valor de la variación del campo magnético externo  $dH/dt$  de campo magnético externo aplicado, variando considerablemente los valores de coercitividades, mientras que la saturación y la remanencia no sufren cambios apreciables. De manera que ante mayores frecuencias  $dH/dt$  de campo magnético externo aplicado, más duro será el material ya que la coercitividad aumenta, por lo que las pérdidas por histéresis serán mayores, lo cual no interesa en aplicaciones como la transformación eléctrica.

La coercitividad, como se puede apreciar en la Tabla 4.6, disminuye cuanto mayores son los parámetros de sinterización  $I_{2i}$  y  $ts_2$  en la sinterización por resistencia eléctrica. De manera que se podría afirmar que ante mayores densificaciones menores coercitividades. Sin embargo, la coercitividad de los compactos obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica es aproximadamente el doble del valor que presentan los compactos fabricados convencionalmente. Este hecho se podría explicar de la misma forma, es decir, al presentar una menor porosidad que los compactos obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica, presentan menores coercitividades.

En cuanto a la saturación y a la remanencia, sucede algo similar que en la coercitividad. En la Tabla 4.7 y Tabla 4.8 se puede observar como a medida que se incrementan los parámetros de sinterización por resistencia eléctrica ( $I_{2i}$ - $ts_2$ ), disminuyendo por tanto la porosidad, aumenta la saturación y la remanencia en el compacto. Aunque, al igual que sucedía con la coercitividad, dichos valores son bastante menores a los que presentan los compactos sinterizados convencionalmente.





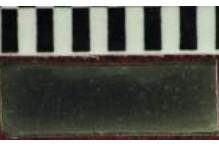
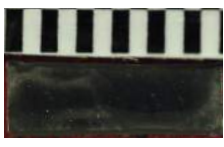
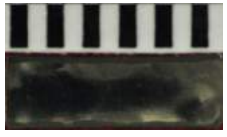

Desde el punto de vista de los transformadores eléctricos, interesa que el material del núcleo ferromagnético sea lo más blando posible, es decir, presente una baja coercitividad y una alta saturación para así disminuir las pérdidas de histéresis producidas durante la magnetización y desmagnetización. De manera que para la fabricación de núcleos de transformadores empleando níquel Ni T255, la ruta convencional pulvimetalúrgica permite obtener compactos que presentan menores pérdidas de histéresis que los obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica.

#### 4.4.4 Estudio metalográfico

El estudio metalográfico nos permite obtener macrografías y micrografías de las distintas muestras sinterizadas convencionalmente y por resistencia eléctrica.

#### 4.4.4.1 Macrografías

En la Figura 4.19 se muestran las macrografías de los compactos sin atacar de níquel Ni T255 para distintas condiciones de intensidad ( $I_{2i}$ ) y tiempo de calentamiento ( $ts_2$ ).

		Tiempo de calentamiento, $ts_2$		
		400 ms	700 ms	1000 ms
Intensidad, $I_{2i}$	6 kA			
	8 kA			
	10 kA			

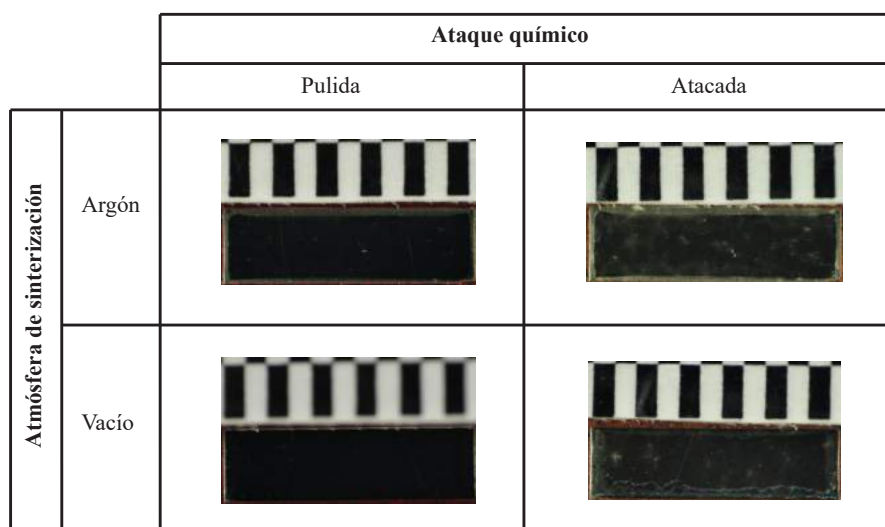
**Figura 4.19** Macrografías de los compactos obtenidos por SRE sin atacar de níquel Ni T255 para distintas combinaciones de intensidad  $I_{2i}$  y tiempo de calentamiento  $ts_2$ .

En la Figura 4.19 se puede observar como el acabado superficial mejora a medida que se incrementa tanto la intensidad de corriente eléctrica  $I_{2i}$  como el tiempo de calentamiento  $ts_2$ . Ésto es debido a la mayor densificación alcanzada y por tanto menor porosidad existente, ésto hace que la imagen sea más especular. Además, cabe destacar la menor altura que presentan los compactos cilíndricos cuanto mayores son las condiciones de porosidad debido a la menor porosidad que poseen. Por otra parte, se puede observar que no existe macrografía de la muestra Ni T255 10-1000, ya que para dichas condiciones de sinterización la muestra quedaba soldada a las obleas, siendo desechadas por este motivo.

Además, en la Figura 4.19 se puede apreciar la distribución de la porosidad en la sección diametral de los distintos compactos obtenidos mediante sinterización por resistencia eléctrica. Dicha distribución presenta una menor porosidad en la zona central del compacto ya que es la zona donde se alcanza una mayor temperatura, ésto se debe gracias a su acabado más especular; mientras que la zona externa, de menor especularidad, presenta una porosidad mayor debido a que es la zona de menor temperatura por la evacuación de calor a través de las paredes de la matriz y de los punzones.

Ante la misma intensidad ( $I_{2i}$ ) y distintos tiempos de calentamiento ( $ts_2$ ), como sucede en los compactos 6-400, 6-700 y 6-1000, se aprecia una mayor porosidad tanto externa como interna cuanto menor es dicho tiempo  $ts_2$ . Por otro lado, ante el mismo tiempo de calentamiento ( $ts_2$ ) y distintas intensidades ( $I_{2i}$ ), como sucede en los compactos 6-700, 8-700 y 10-700, se aprecia una mayor porosidad tanto externa como interna cuanto menor es dicha intensidad  $I_{2i}$ . Estos hechos se pueden observar según la especularidad de las secciones diametrales, la cual es debida a un mayor densificación producida por la generación de mayor cantidad de calor producido por efecto Joule.

En la Figura 4.20 se muestran las macrografías de los compactos obtenidos convencionalmente tanto pulidas como atacadas químicamente para las dos atmósferas de sinterización empleadas.



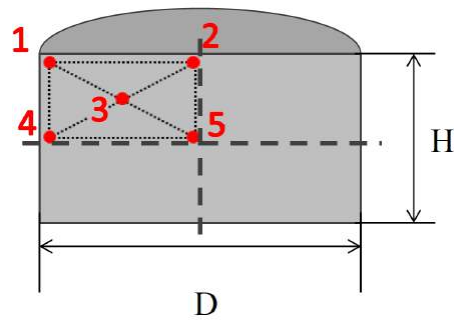
**Figura 4.20** Macrografías de los compactos obtenidos convencionalmente de níquel Ni T255 pulidas y atacadas químicamente.

En la Figura 4.20 se puede observar que el acabado superficial de ambos compactos es excelente debido a su escasa porosidad. Sin embargo, en el compacto obtenido mediante sinterización en atmósfera de argón se puede observar como en las zonas externas existe una mayor porosidad, lo cual no sucede en el compacto sinterizado en vacío. El motivo de dicha porosidad localizada en la superficie más externa puede ser la existencia de oxígeno en la cámara del horno durante la sinterización. Por otra parte, se muestran las macrografías de la sección diametral de ambas muestras atacadas químicamente, aunque no se pueden extraer muchas conclusiones de dichas macrografías. Se puede apreciar como el reactivo tiene mayor efecto las zonas de mayor porosidad ya que el reactivo queda atrapado en los poros existentes.

#### 4.4.4.2 Micrografías

A continuación, se realizará el estudio micrográfico de los compactos cilíndricos fabricados mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica y por sinterización por resistencia eléctrica. Para ello, se analizarán todos los compactos obtenidos convencionalmente, mientras que los compactos fabricados por sinterización por resistencia eléctrica serán estudiados únicamente los siguientes: Ni T255 6-400 b, Ni T255 6-700 b y Ni T255 6-1000 b para analizar la influencia del tiempo; mientras que para estudiar como afecta la intensidad se han seleccionado los compactos Ni T255 6-700 b, Ni T255 8-700 b y Ni T255 10-700 b. Dicha selección de compactos permitirá estudiar el efecto de la intensidad y el tiempo de sinterización sobre la microestructura de los compactos.

Se debe tener en cuenta que todas las imágenes han sido tomadas siguiendo el patrón mostrado en la Figura 4.32. De manera que cada una de ellas vendrá denotada por el punto de dicho patrón en el que se tomó dicha imagen (P1, P2, P3, P4 y P5), así como los aumentos empleados (50X, 100X, 200X, 500X y 1000X).

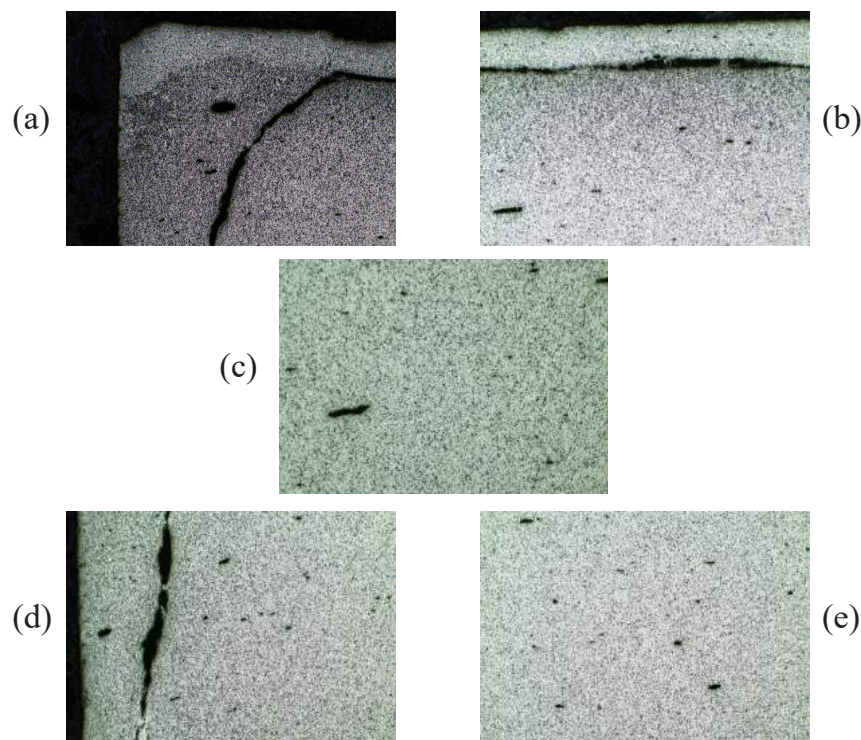


**Figura 4.21** Patrón de puntos donde se han tomado las imágenes micrográficas de la sección diametral de los compactos.

### Distribución de la porosidad

En este apartado se estudia la distribución de la porosidad de la superficie diametral de las muestras. Dicha distribución de la porosidad en todas las muestras obtenidas mediante sinterización por resistencia eléctrica es idéntica. Por este motivo, se ha decidido analizar la distribución de la porosidad de la muestra Ni T255 6-400 b para así extrapolar las conclusiones extraídas al resto de compactos.

Para conocer dicha distribución de porosidad, en la Figura 4.22 se muestran las imágenes micrográficas situadas según el patrón anteriormente descrito de la muestra Ni T255 6-400 b.

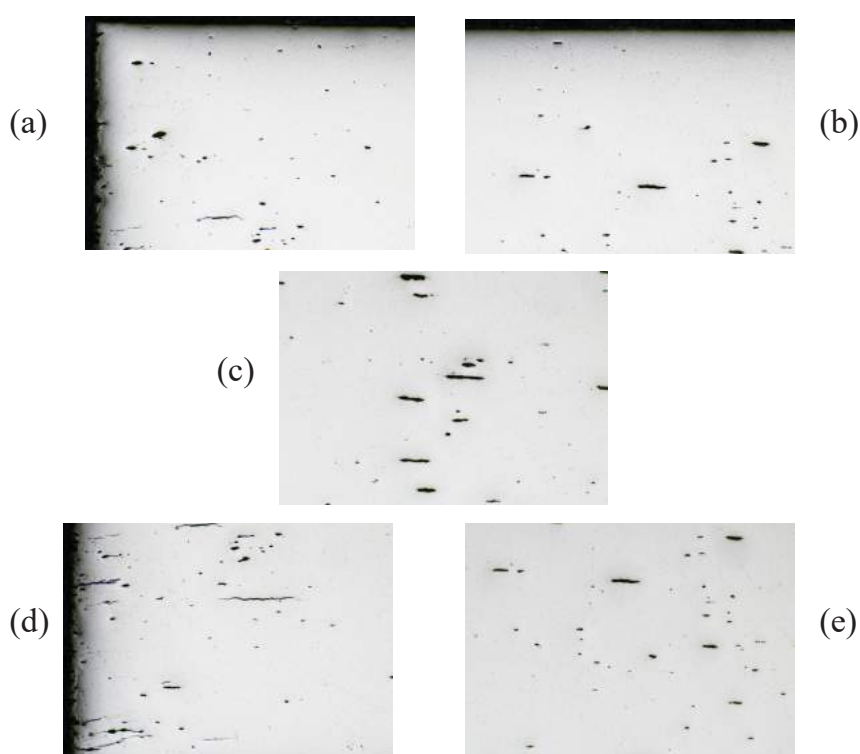


**Figura 4.22** Micrografías que muestran la distribución de porosidad de la sección diametral de la muestra Ni T255 6-400 b empleando un aumento 50X.

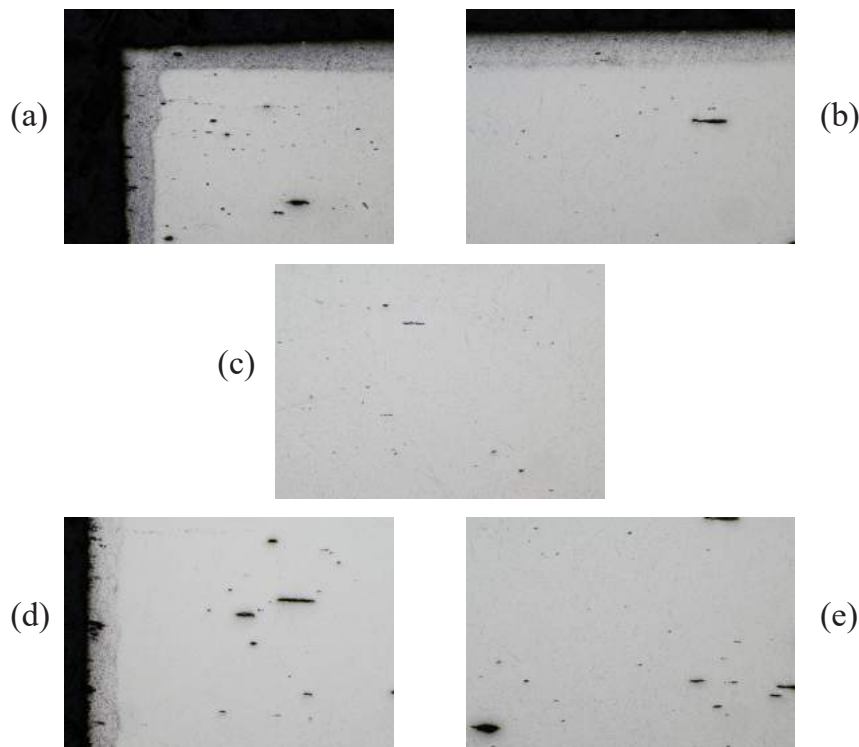


Como se puede observar en la Figura 4.22, la porosidad es menor en el centro del compacto (punto 5), mientras que ésta sufre un crecimiento a medida que se aproxima a los extremos de éste (puntos 1, 2 y 4). El motivo de dicha distribución de porosidad es debido a que la temperatura alcanzada por efecto Joule en el centro de la masa de polvo es mayor que en los extremos ya que los extremos son las zonas más próximas a la matriz y a los punzones, elementos que permiten la evacuación de calor y por tanto la reducción de temperatura. De manera que en la sección diametral del compacto se produce una distribución no uniforme de la temperatura produciéndose así densificaciones distintas según la zona y por tanto existiendo zonas con mayor porosidad que otras. La distribución de porosidad anteriormente expuesta se produce en todos los compactos obtenidos por sinterización por resistencia eléctrica, aunque dicha porosidad será distinta dependiendo de los parámetros de sinterización seleccionados como se verá a continuación.

Por otro lado, en los compactos convencionales tanto sinterizados en vacío (Figura 4.23) como en una atmósfera de argón (Figura 4.24) se observa, como cabía esperar, que la distribución de porosidad es homogénea en toda la sección diametral de las distintas muestras. El motivo de dicha porosidad uniforme por toda la superficie del compacto es que la distribución de temperatura en el interior del compacto es más homogéneo que en la sinterización por resistencia eléctrica ya que al ser los tiempos mayores la temperatura puede estabilizarse. Ésto no sucede en la sinterización por resistencia eléctrica ya que los tiempos son tan pequeños que la temperatura no puede distribuirse uniformemente; considerando, además, la disipación de calor producida por la matriz y los punzones.



**Figura 4.23** Micrografías que muestran la distribución de porosidad de la sección diametral de la muestra *Ni T255 1200-800 Vacío* empleando un aumento 50X.



**Figura 4.24** Micrografías que muestran la distribución de porosidad de la sección diametral de la muestra *Ni T255 1200-800 Argón* empleando un aumento 50X.

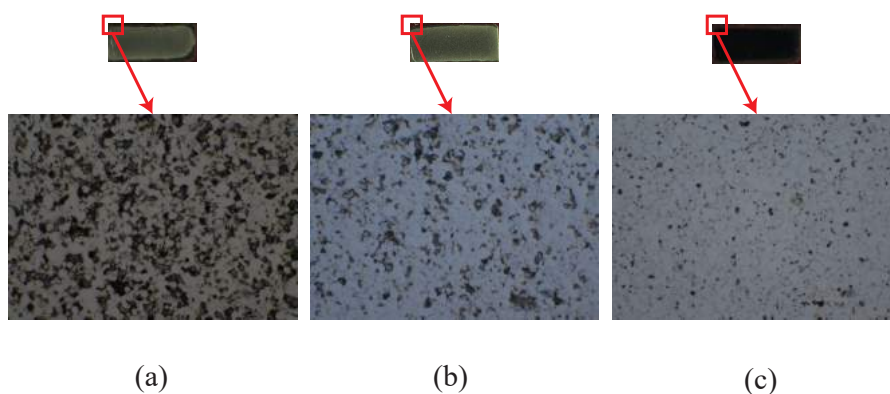
En las micrografías de las Figuras 4.23 y 4.24, se pueden observar la existencia de cavidades paralelas a las bases de los compactos. Dichos huecos son producidos por la forma filamentosa que presentan las partículas de polvo de níquel *Ni T255*, las cuales tienden a agruparse formando grandes cavidades al introducir la masa de polvo en la matriz. Cuando la masa de polvo es compactada dichas cavidades se estrechan tomando la forma final que se muestran en las micrografías anteriores, de manera que la dirección de estas cavidades es perpendicular a la dirección de compactación.

Además, la principal diferencia que cabe destacar en las micrografías de los compactos convencionales tanto sinterizados en vacío, como en una atmósfera de argón, es la existencia de una gran porosidad en la zona externa de la muestra sinterizada en atmósfera de argón, lo cual produce que su porosidad global (12.61 %) sea algo mayor que la de la muestra sinterizada en vacío (8.73 %) ya que la porosidad en las zonas centrales de la muestra es similar. El motivo de esta mayor porosidad podría ser la existencia de oxígeno al introducir la atmósfera de argón en el horno cerámico.

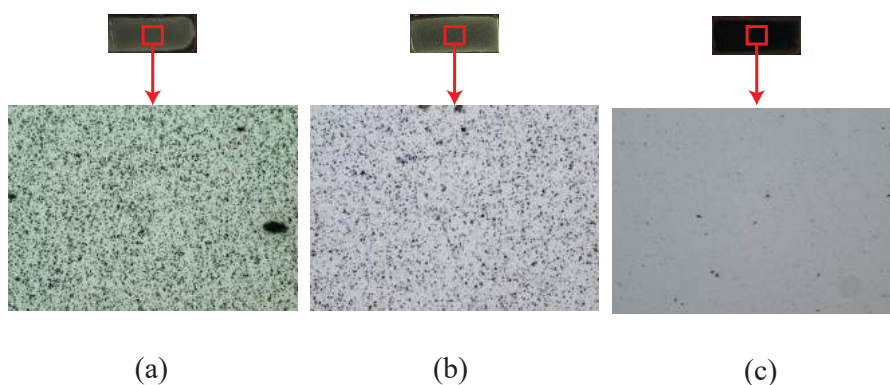
#### **Influencia de la intensidad y tiempo de sinterización**

A continuación se analizará la influencia que presentan parámetros de sinterización, como son la intensidad  $I_{2i}$  y el tiempo  $ts_2$ , sobre la microestructura de las distintas muestras.

En la Figura 4.25 se muestran las micrografías del punto más externo de las muestras *Ni T255 6-400 b*, *Ni T255 6-700 b* y *Ni T255 6-1000 b*, las cuales presentan la misma intensidad de sinterización  $I_{2i}$  y distintos tiempos de calentamiento ( $ts_2$ ). De esta forma se podrá analizar el efecto del tiempo  $ts_2$  sobre la porosidad de los compactos. Por otra parte, en la Figura 4.26 se muestran las micrografías del punto central de las mismas muestras anteriormente citadas.



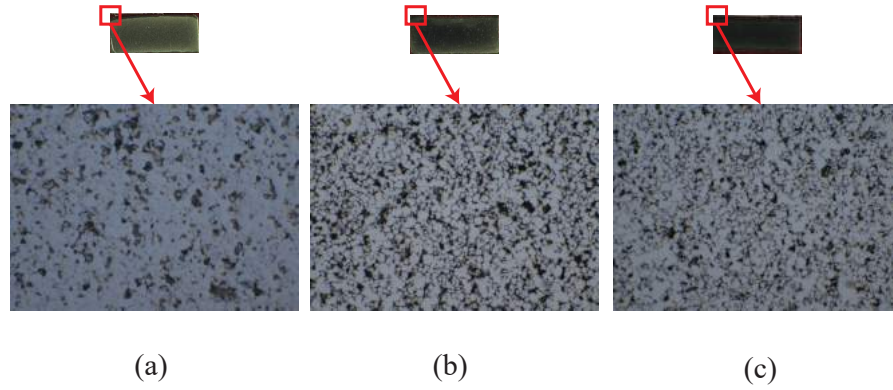
**Figura 4.25** Micrografías del punto más externo (P1) de las muestras a) *Ni T255 6-400 b*, b) *Ni T255 6-700 b* y c) *Ni T255 6-1000 b* empleando un aumento 1000X.



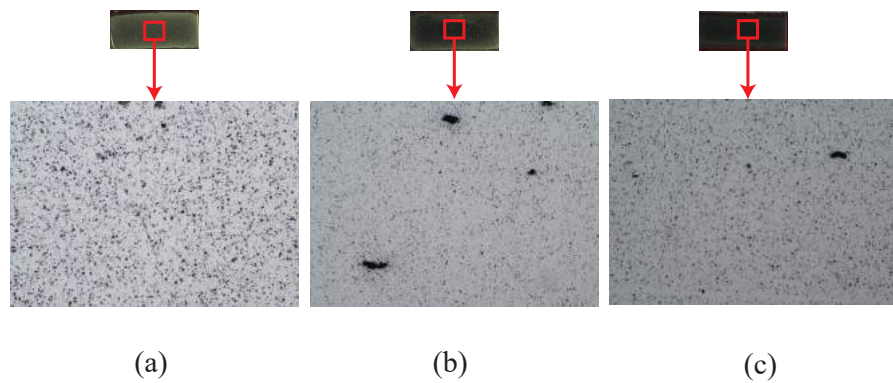
**Figura 4.26** Micrografías del punto central (P5) de las muestras a) *Ni T255 6-400 b*, b) *Ni T255 6-700 b* y c) *Ni T255 6-1000 b* empleando un aumento 200X.

Como se puede observar en ambas figuras, cuanto mayor es el tiempo de calentamiento  $ts_2$  menor es la porosidad del compacto ya que la temperatura alcanzada es mayor por el hecho de aplicarse durante un mayor tiempo corriente eléctrica, produciéndose así mayores densificaciones.

Por otro lado, en la Figura 4.27 se muestran las micrografías del punto más externo de las muestras *Ni T255 6-700 b*, *Ni T255 8-700 b* y *Ni T255 10-700 b*, las cuales presentan los mismos tiempos de calentamiento  $ts_2$  y diferentes intensidades de sinterización  $I_{2i}$ . De esta forma se podrá analizar el efecto de la intensidad  $I_{2i}$  sobre la porosidad de los compactos. Por otra parte, en la Figura 4.28 se muestran las micrografías del punto central de las mismas muestras anteriormente citadas.



**Figura 4.27** Micrografías del punto más externo (P1) de las muestras a) *Ni T255 6-700 b*, b) *Ni T255 8-700 b* y c) *Ni T255 10-700 b* empleando un aumento 1000X.

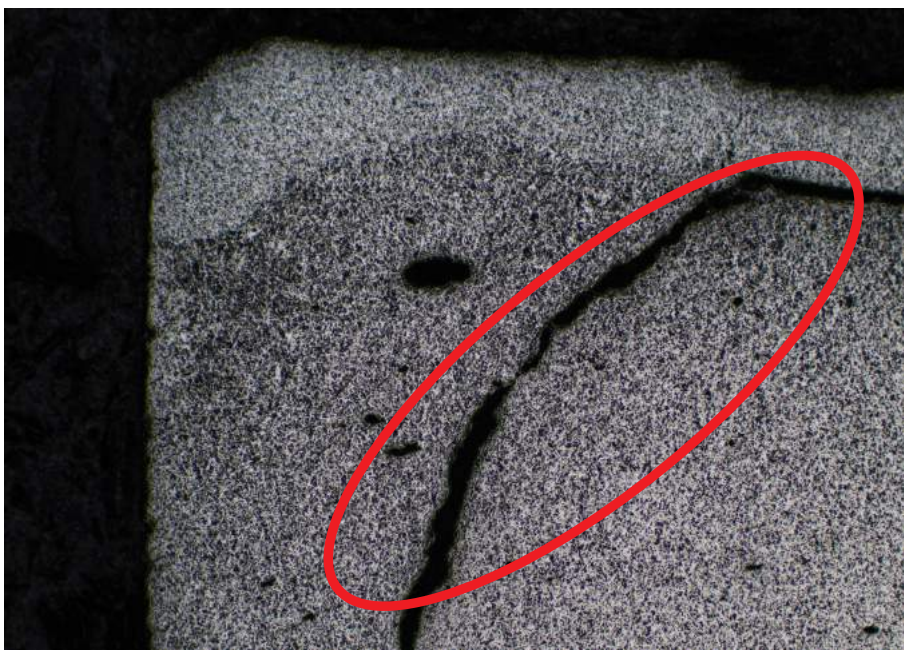


**Figura 4.28** Micrografías del punto central (P5) de las muestras a) *Ni T255 6-700 b*, b) *Ni T255 8-700 b* y c) *Ni T255 10-700 b* empleando un aumento 200X.

En las figuras anteriores cabe destacar que la porosidad en general disminuye cuando la intensidad de corriente eléctrica  $I_{2i}$  es mayor. Sin embargo, se puede observar como la porosidad en la zona central (Figura 4.28) a partir de 6 kA la porosidad no se reduce demasiado, pero ésta si se reduce en las zonas externas (Figura 4.27). El motivo por el que la porosidad es menor cuanto mayor es la intensidad  $I_{2i}$  es el mismo que el presentado anteriormente para el tiempo de calentamiento  $ts_2$ , es decir, una mayor densificación debido al mayor calor generado por efecto Joule.

Se debe destacar también que en las muestras fabricadas por sinterización por resistencia eléctrica aquellas que menores valores tienen en los parámetros  $I_{2i}$  y  $ts_2$  presentan grietas en los extremos (Figura 4.29), lo cual explica la gran diferencia existente entre porosidades.



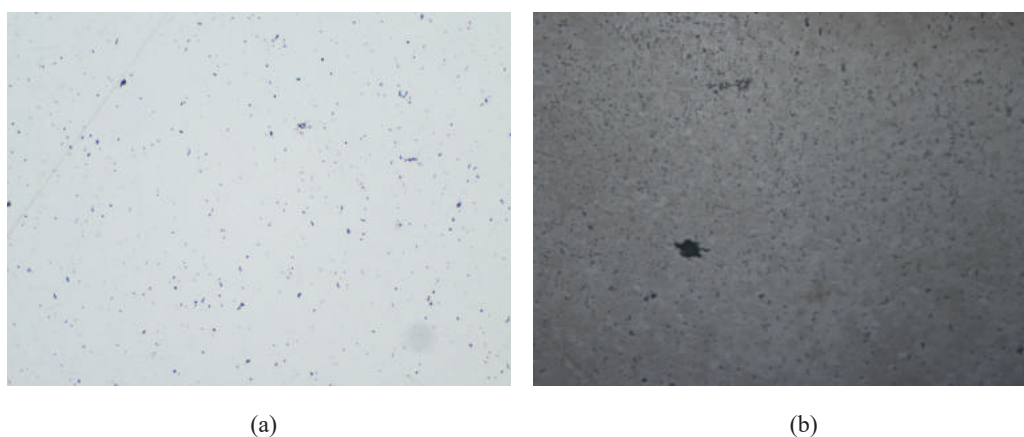


**Figura 4.29** Micrografía de la zona más externa del compacto de níquel Ni T255 6-400 *b* empleando un aumento 50X.

### Microestructura

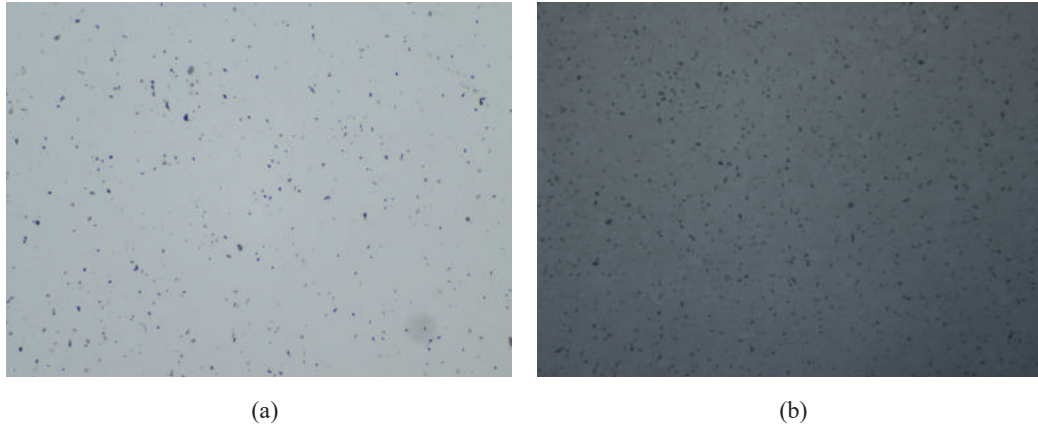
La microestructura ha sido revelada mediante el ataque químico realizado con el agente reactivo especificado en el Apartado 3.5.4.1. Sin embargo, únicamente se ha podido revelar en las muestras fabricadas por la ruta convencional pulvimetalúrgica, ya que las sinterizadas por resistencia eléctrica, al presentar una gran porosidad, era complejo evitar que el reactivo sobreatacase ciertas zonas de la muestra.

En la Figura 4.30 se muestra dos imágenes micrográficas de la misma zona pulida y atacada químicamente para el compacto sinterizado en vacío.



**Figura 4.30** Micrografía de la zona más externa del compacto (P1) de níquel Ni T255 1200-800 vacío 1 empleando un aumento 500X. a) Muestra pulida, b) Muestra atacada químicamente.

Mientras que en la Figura 4.31 se muestra dos imágenes micrográficas de la misma zona pulida y atacada químicamente para el compacto sinterizado en atmósfera de argón.

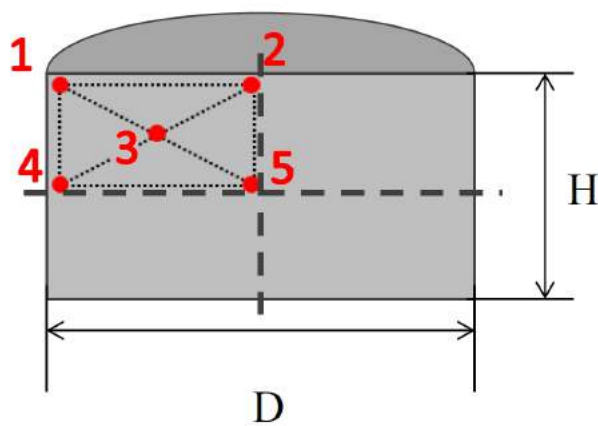


**Figura 4.31** Micrografía de la zona central del cuadrante (P3) de níquel Ni T255 1200-800 argón 1 empleando un aumento 500X. a) Muestra pulida, b) Muestra atacada químicamente.

En ambas muestras se puede observar como el reactivo ha actuado adecuadamente ya que consigue mostrar la microestructura de ambas. En la Figura 4.30 y la Figura 4.31 se puede observar como el tamaño de grano es aproximadamente el mismo, por lo que no existe una diferencia apreciable en la microestructura entre el sinterizado conveccional en atmósfera de argón y en vacío.

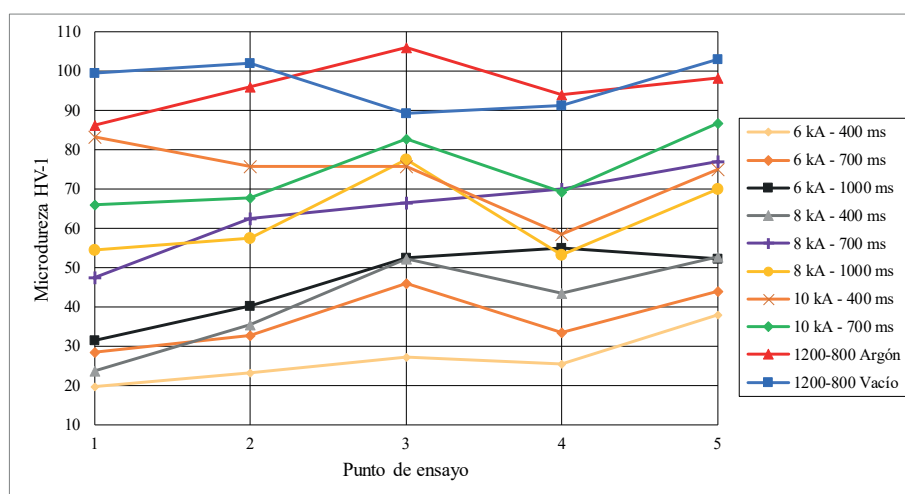
#### 4.4.5 Distribución de la microdureza en los compactos

A continuación, se mostrarán los ensayos de microdureza realizados en los distintos compactos fabricados mediante sinterización por resistencia eléctrica y por la ruta convencional pulvimetalúrgica. Dichos ensayos, como se comentó en el Apartado 3.5.5, se realizaron en el patrón de puntos mostrado en la Figura 4.32 de la sección diametral de cada compacto.



**Figura 4.32** Patrón de puntos donde se han realizado los ensayos de microdureza Vickers de la sección diametral de los compactos.

Los valores de microdureza Vickers HV-1 en el patrón mencionado para las distintos compactos obtenidos se representan en la Figura 4.33.



**Figura 4.33** Distribución de dureza Vickers HV-1 en los distintos puntos de la sección diametral de los compactos.

En los compactos fabricados mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica no existe una tendencia de la microdureza Vickers a lo largo del patrón de ensayos. Esto es debido a que en la sinterización realizada mediante horno, la distribución de temperaturas en la sección diametral del compacto es generalmente uniforme. De manera que, a excepción de ciertas irregularidades puntuales, la distribución de dureza es en general uniforme.

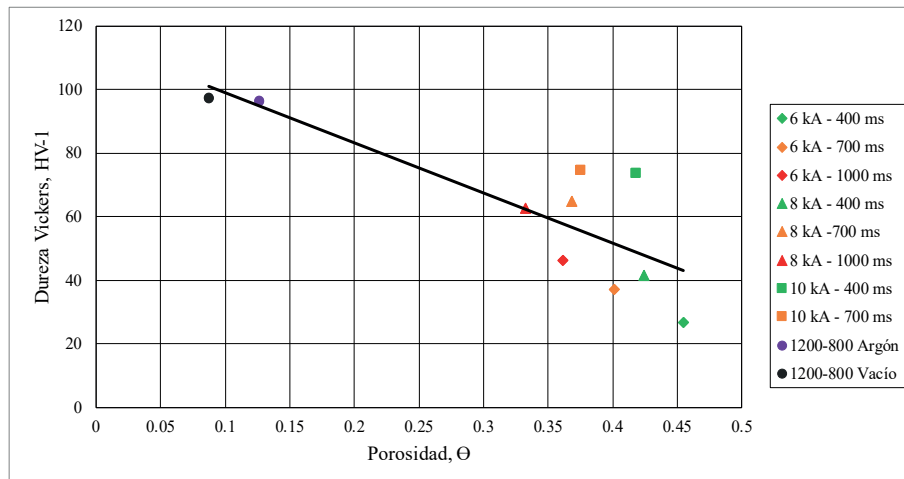
Por otro lado, en los compactos fabricados mediante sinterización por resistencia eléctrica, la distribución de microdureza Vickers es, por regla general, la siguiente: Los puntos internos son los de mayor dureza y los puntos externos presentan una dureza inferior. El punto interno (Punto 5) es, generalmente, el de mayor dureza ya que es la zona donde mayor temperatura se alcanza por efecto Joule provocando por tanto una mayor densificación. Por otra parte, el punto central de cada cuadrante (Punto 3) tiene una dureza algo inferior a la del punto 5 debido a una menor densificación producida por la evacuación de la temperatura por las paredes de la matriz, obleas y punzones. Sin embargo, existen casos puntuales en los que el punto 3 presenta una dureza similar o ligeramente superior a la del punto 5. Por último, los puntos externos (Puntos 1, 2 y 4) son los que menor dureza presentan ya que se encuentran en las zonas de menor temperatura al estar éstas cercanas a las paredes de la matriz y de las obleas.

Cabe destacar que la dureza en los compactos cilíndricos fabricados convencionalmente es bastante superior a la de los compactos obtenidos por sinterización por resistencia eléctrica. Este hecho se puede observar en la Tabla 4.9, en la que se recogen los valores medios de las durezas de todos los compactos cilíndricos fabricados.

**Tabla 4.9** Valores medios de las durezas Vickers HV-1 de los distintos compactos.

Compacto	Dureza HV-1
Ni T255 6-400	26.74
Ni T255 6-700	36.94
Ni T255 6-1000	46.26
Ni T255 8-400	41.5
Ni T255 8-700	64.68
Ni T255 8-1000	62.48
Ni T255 10-400	73.58
Ni T255 10-700	74.48
Ni T255 1200-800 Ar	96.12
Ni T255 1200-800 Vacío	97.06

El hecho de que la dureza sea superior en los compactos obtenidos convencionalmente que en los compactos fabricados por sinterización por resistencia eléctrica, se debe a la gran relación que presenta la dureza con la porosidad del compacto. Esta relación se muestra en la Figura 4.34, en la que se muestra como varía la dureza media de la sección diametral de los distintos compactos en función de sus respectivas porosidades, pudiendo así determinar que cuanto mayor es la porosidad del compacto menor es su dureza.

**Figura 4.34** Dureza Vickers media HV-1 de los distintos compactos en función de la porosidad de cada uno de ellos.

Además, cabe destacar que la dureza media del compacto en la sinterización por resistencia eléctrica es enormemente influida por la intensidad de corriente eléctrica  $I_{2i}$  y el tiempo  $ts_2$  durante el cual circula ésta. Ante la misma intensidad ( $I_{2i}$ ) y distintos tiempos de calentamiento ( $ts_2$ ), como sucede en los compactos 6-400, 6-700 y 6-1000, se aprecia una mayor dureza media cuanto mayor es dicho tiempo  $ts_2$ . Por otro lado, ante el mismo tiempo de calentamiento ( $ts_2$ ) y distintas intensidades ( $I_{2i}$ ), como sucede en los compactos 6-700, 8-700 y 10-700, se aprecia una mayor dureza media cuanto mayor es dicha intensidad  $I_{2i}$ . Esto es debido a que cuanto mayores son dichos parámetros de



sinterización (mayor energía térmica específica generada por efecto Joule), menor será la porosidad y como se aprecia en la Figura 4.34 existe una relación inversa entre la dureza media y la porosidad.



## 5 Conclusiones

---

En el presente proyecto se han fabricado compactos cilíndricos de polvo de níquel Ni T255 mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica en vacío y en una atmósfera de argón, así como por medio de la técnica de sinterización por resistencia eléctrica (SRE) variando los distintos parámetros de sinterización ( $I_{2i}$ - $t_{s2}$ ). A continuación, se han determinado distintas características eléctricas, magnéticas y mecánicas pudiendo extraer de dicho estudio las siguientes conclusiones:

1. El polvo de níquel Ni T255 presenta un buen comportamiento ante la sinterización por resistencia eléctrica ya que en las primeras etapas, destinadas a la regulación de la intensidad de corriente eléctrica, la intensidad de corriente eléctrica es muy estable gracias a la baja resistividad que presentan los óxidos de níquel (del orden de  $10^{-1} \Omega m$ ) presentes en la superficie de las partículas de polvo.
2. Los compactos obtenidos mediante la ruta convencional pulvimetalúrgica presentan mayores densificaciones que los compactos sinterizados por resistencia eléctrica. Sin embargo, aunque la sinterización por resistencia eléctrica permita obtener propiedades más moderadas por la elevada porosidad que presentan sus compactos, también permite reducir considerablemente el tiempo y el número de etapas en comparación con la ruta convencional pulvimetalúrgica. En los compactos obtenidos convencionalmente la porosidad mínima obtenida es de 8.73 %, mientras que en los obtenidos por SRE la porosidad más baja alcanzada es de 33.185 %. Con respecto a los compactos obtenidos convencionalmente, la sinterización en vacío presenta mejores resultados que la sinterización en atmósfera de argón, debido a que en esta última existe una capa que rodea al compacto que presenta una mayor porosidad. Por otro lado, en los compactos obtenidos mediante SRE cuanto mayor es el tiempo de calentamiento  $t_{s2}$  y la intensidad de corriente eléctrica  $I_{2i}$ , mayores son las densificaciones de la masa de polvo, presentando así una menor porosidad.
3. La resistividad eléctrica de los compactos se encuentra influida enormemente por la porosidad del compacto. Debido a este motivo los compactos obtenidos convencionalmente presentan una menor resistividad eléctrica (del orden de  $10^{-10} \Omega m$ ) que los compactos fabricados por SRE (del orden de  $10^{-7} \Omega m$ ).
4. En cuanto a los ciclos de histéresis de los distintos compactos, los obtenidos convencionalmente presentan menores coercitividades y mayores saturaciones que los sinterizados por resistencia eléctrica, por lo que para aplicaciones de transformación eléctrica los primeros presentan un mayor interés.
5. La dureza media máxima obtenida en los compactos sinterizados por resistencia eléctrica es

de 74.48 HV – 1, mientras que en los compactos convencionales es de 97.06 HV – 1. Además, la distribución de la dureza Vickers en los compactos convencionales es más uniforme a lo largo de la sección diametral de éstos, debido a que la sinterización convencional presenta una porosidad uniforme en dicha sección. Por otra parte, la distribución de la dureza Vickers en los compactos SRE es más heterogénea a lo largo de la sección diametral de éstos, debido a que presentan mayor porosidad en las zonas externas que en el centro del compacto ya que en dichas zonas se produce la evacuación del calor generado por efecto Joule a través de las paredes de la matriz como de los punzones.

6. Desde el punto de vista de la transformación eléctrica, los compactos obtenidos convencionalmente, aunque supongan un mayor tiempo de fabricación, presentan mejores propiedades para la fabricación de núcleos de transformadores eléctricos ya que al presentar menores coercitividades y mayores saturaciones las pérdidas producidas por histéresis serán menores. Además, las pérdidas producidas por corrientes de Foucault serán menores ya que la resistividad eléctrica es del orden de 1000 veces menor que la resistividad que presentan los compactos SRE

## **Líneas futuras**

Las contribuciones del presente proyecto evidencian las capacidades de la aplicación de la sinterización por resistencia eléctrica en algunos casos para la sustitución de la ruta convencional pulvimetalúrgica. Entre los múltiples estudios que podrían dar continuación a este trabajo, se destacan las siguientes líneas:

1. Estudio de la influencia de la presión de compactación durante la sinterización por resistencia eléctrica sobre las distintas propiedades estudiadas en el presente proyecto.
2. Aplicación de la sinterización por resistencia eléctrica a distintas mezclas de polvo comerciales que presentan un mayor interés tecnológico que los polvos de níquel utilizados en el presente proyecto.
3. Para la uniformización de la porosidad en los compactos sinterizados por resistencia eléctrica podría ser interesante realizar una compresión previa o estudiar la influencia de los tiempos de aproximación y apriete.

# Bibliografía

---

- [1] PC Angelo and Ramayyar Subramanian. *Powder metallurgy: science, technology and applications*. PHI Learning Pvt. Ltd., 2008.
- [2] E. Klar. *ASM Handbook Volume 7: Powder Metallurgy*. ASM Handbook. American Society for Metals, 1984.
- [3] Salvatore Grasso, Yoshio Sakka, and Giovanni Maizza. Electric current activated/assisted sintering (ecas): a review of patents 1906–2008. *Science and Technology of Advanced Materials*, 10(5):053001, 2009.
- [4] George F Taylor. Apparatus for making hard metal compositions, February 7 1933. US Patent 1,896,854.
- [5] FV Lenel. Resistance sintering under pressure. *JOM*, 7(1):158–167, 1955.
- [6] K Ogawa. Toyota to start local production of nimh battery cells in china by end of 2016. *Nikkei Technology Online*, 9, 2016.
- [7] Kwo-Hsiung Young. Research in nickel/metal hydride batteries 2017, 2018.
- [8] Dong Kwan Kim, Han-Ryong Pak, and Kenji Okazaki. Electrodischarge compaction of nickel powders. *Materials Science and Engineering: A*, 104:191–200, 1988.
- [9] Hwan-tae Kim, Masakazu Kawahara, and Masao Tokita. Specimen temperature and sinterability of ni powder by spark plasma sintering. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 47(8):887–891, 2000.
- [10] Tadayuki Tsutsui. Recent technology of powder metallurgy and applications. *Hitachi Chemical Technical Report*, page 12, 2012.
- [11] Guillermo Guerrero Vacas. *Pulvimetalurgia: Tema 6*. Universidad de Córdoba. Departamento de mecánica, 1996.
- [12] F. Thümmeler, R. Oberacker, and Institute of Materials (Great Britain). *An Introduction to Powder Metallurgy*. Book (Institute of Materials (London, England))). Institute of Materials, 1993.
- [13] M.P. Groover, C.M. de la Peña Gómez, and M.Á.M. Sarmiento. *Fundamentos de manufactura moderna: materiales, procesos y sistemas*. Pearson Educación, 1997.
- [14] Miriam Cañones Castellano. Reforzamiento de piezas de al pulvimetalúrgico mediante la incorporación de pequeñas cantidades de nh3 al proceso de molienda. 2017.

- [15] Alan Lawley. Modern powder 15 metallurgy science and technology. *JOM*, 38(8):15–25, 1986.
- [16] Gopal S Upadhyaya. *Powder metallurgy technology*. Cambridge Int Science Publishing, 1997.
- [17] F.R. Morral, E. Jimeno, and P. Molera. *Metallurgia general*. Number v. 2 in *Metallurgia general*. Reverté, 1985.
- [18] Randall M German. Sintering theory and practice. *Solar-Terrestrial Physics (Solnechno-zemnaya fizika)*, page 568, 1996.
- [19] Muhammad Syukri Abdul Rahaman, Ahmad Fauzi Ismail, and Azeman Mustafa. A review of heat treatment on polyacrylonitrile fiber. *Polymer Degradation and Stability*, 92(8):1421–1432, 2007.
- [20] Maheswaran Vattur Sundaram. Processing methods for reaching full density powder metallurgical materials. 2017.
- [21] D Richter, G Haour, and D Richon. Hot isostatic pressing (hip). *Materials & design*, 6(6):303–305, 1985.
- [22] Raquel Astacio López. Sinterización por resistencia eléctrica de polvos de hierro wpl 200. 2014.
- [23] Muhammad Dilawer Hayat. Electric field assisted sintering of metal oxides. 2011.
- [24] Roberto Orrù, Roberta Licheri, Antonio Mario Locci, Alberto Cincotti, and Giacomo Cao. Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 63(4):127 – 287, 2009.
- [25] N Gopalsami, H-T Chien, W Goldberger, B Merkle, and J Borton. Development of ultrasonic sensor for non-intrusive measurement of temperature in powder materials. *Powder metallurgy*, 45(3):271–275, 2002.
- [26] MF Medvedenko, MZ Kolchinskii, and VV Skorokhod. Calculating the parameters for the sintering of metal powders by means of an electric current. *Dop. Akad. Nauk Ukr. RSR*, (6):562–566, 1977.
- [27] VV Meshkov, NK Myshkin, and AI Sviridenok. Method of calculating the process parameters of the electric-discharge sintering of conducting powders. *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 23(3):200–203, 1984.
- [28] AI Raichenko. Theory of metal powder sintering by an electric-pulse discharge. *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 24(1):26–30, 1985.
- [29] Jing Zhang, Antonios Zavaliangos, Martin Kraemer, and Joanna Groza. Numerical simulation of thermal-electrical phenomena in field activation sintering. In *TMS Fall Meeting 2002*, pages 6–10, 2002.
- [30] Marta Herrera García. Simulación y fabricación de piezas pulvimetalúrgicas mediante consolidación eléctrica con corriente de media frecuencia. 2015.
- [31] TI Istomina, AA Baidenko, AI Raichenko, MA Gol'dberg, and AV Svechikov. Influence of premolding pressure in electric-discharge sintering on the physicomechanical properties of a copper-tin-abrasive composite. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 22(11):957–960, 1983.
- [32] AI Raichenko and ES Chernikova. A mathematical model of electric heating of the porous medium using current-supplying electrode/punches. *Soviet powder metallurgy and metal*

- ceramics*, 28(5):365–371, 1989.
- [33] GL Burenkov, AI Raichenko, and AM Suraeva. Dynamics of interparticle reactions in spherical metal powders during electric sintering. *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 26(9):709–712, 1987.
- [34] GL y Raichenko Burenkov. Macroscopic mechanism of formation of interparticle contact in electric current sintering of powders. *Soviet powder metallurgy and metal ceramics*, 28(3):186–191, 1989.
- [35] Antonios Zavaliangos, Jing Zhang, Martin Krammer, and Joanna R Groza. Temperature evolution during field activated sintering. *Materials Science and Engineering: A*, 379(1-2):218–228, 2004.
- [36] Gregory A Kriegsmann. Electric discharge sintering: a mathematical model. *SIAM Journal on Applied Mathematics*, 68(6):1503–1517, 2008.
- [37] Jan Räthel, Mathias Herrmann, and Wieland Beckert. Temperature distribution for electrically conductive and non-conductive materials during field assisted sintering (fast). *Journal of the European Ceramic Society*, 29(8):1419–1425, 2009.
- [38] Jing Zhang. *Field Activated Sintering Technology: Multi-physics Phenomena Modeling: a Coupled Thermal-electrical-densification Framework*. Lambert Academic Publishing, 2010.
- [39] JM Montes, JA Rodríguez, FG Cuevas, and J Cintas. Consolidation by electrical resistance sintering of ti powder. *Journal of Materials Science*, 46(15):5197–5207, 2011.
- [40] M. S. Yurlova, V. D. Demenyuk, L. Yu. Lebedeva, D. V. Dudina, E. G. Grigoryev, and E. A. Olevsky. Electric pulse consolidation: an alternative to spark plasma sintering. *Journal of Materials Science*, 49(3):952–985, Feb 2014.
- [41] T Alp, STS Al-Hassani, and W Johnson. The electrical discharge compaction of powder: Mechanics and material structure. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 107(3):186–194, 1985.
- [42] Samuel J Rosenberg. Nickel and its alloys. Technical report, NATIONAL BUREAU OF STANDARDS GAITHERSBURG MD, 1968.
- [43] AL Prill and WR Upthegrove. Properties of sintered carbonyl nickel compacts. *Progress in Powder Metallurgy*, 20:94, 1964.
- [44] J. Everhart. *Engineering Properties of Nickel and Nickel Alloys*. Springer US, 2012.
- [45] COURBIERE M. et al. Characterization of atomized aluminum powder shapes. In *PM World Congress, Japan*; 43-46, 1993.
- [46] Moisés Frías Rojas, María Pilar de Luxán, and María Isabel Sánchez de Rojas. Espectrometría de difracción por rayos láser. *Materiales de construcción*, (212):37–52, 1989.
- [47] American society for testing and materials. *B527 Standard Test Method for Tap Density of Metal Powders and Compounds: ASTM B527-15*. American society for testing and materials, 2015.
- [48] American society for testing and materials. *B331 Standard Test Method for Compressibility of Metal Powders in Uniaxial Compaction: ASTM B331-16*. American society for testing and materials, 2016.
- [49] MPIF Standard. 45, determination of compressibility of metal powders. *Standard Test Methods for Metal Powders and Powder Metallurgy Products*, 2002.

- [50] Edward Della Torre. *Magnetic hysteresis*. Wiley, 2000.
- [51] William F Smith and Javad Hashemi. *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales*. McGraw-Hill New York, 1998.
- [52] Perrin Walker and William H Tarn. *CRC handbook of metal etchants*. CRC press, 1990.
- [53] American society for testing and materials. *E384 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials: ASTM E384-17*. American society for testing and materials, 2017.
- [54] Asociación Española de Normalización y Certificación. *UNE-EN ISO 6507-1: materiales metálicos : ensayo de dureza Vickers. Parte 1, Método de ensayo : (ISO 6507-1:2005)*. AENOR, 2006.



